

N° d'Ordre : 3 (1974)

N° CNRS : A O 9926

THESE

présentée devant l'UNIVERSITE de NANTES

pour obtenir le grade de

DOCTEUR - INGENIEUR

par

Jacques PILLON

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE



Etude critique d'un spectroscope Auger pour l'émission électronique secondaire

Résultats obtenus pour un cristal de cuivre (111)

Soutenue le 9 mai 1974 devant la Commission d'Examen

Mademoiselle S. OFFRET Président

M. M. CAILLER

M. P. KELLER

M. S.S. MINN

} Examineurs

M. J.P. GANACHAUD

Membre invité

N° d'Ordre : 3 (1974)

N° CNRS : A O 9926

THESE

présentée devant l'UNIVERSITE de NANTES

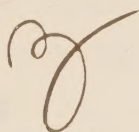
pour obtenir le grade de

DOCTEUR - INGENIEUR

par

Jacques PILLON

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE



Etude critique d'un spectroscope Auger pour l'émission électronique secondaire

Résultats obtenus pour un cristal de cuivre (111)

Soutenue le 9 mai 1974 devant la Commission d'Examen

Mademoiselle S. OFFRET Président

M. M. CAILLER

M. P. KELLER

M. S.S. MINN

} Examineurs

M. J.P. GANACHAUD

Membre invité

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41555016_0021

UNIVERSITE DE NANTES

Président M. KERNEIS Médecine

Vice-Président M. SPARSEL Pharmacie

LISTE DES ENSEIGNANTS DES DISCIPLINES SCIENTIFIQUES -

Professeurs

M. BRILLOUET

Mathématiques

M. PAUC

«

M. PETRESCO

«

M. RAFFIN

«

M. PIRONNEAU (ENSM)

Mécanique

M. RAVILLY (ENSM)

«

M. TARDY (ENSM)

«

M. AVIGNON

Physique

M. BOULLLOUD

«

M. COLLET

«

M. MINN

«

M. MÉZENECY (ENSM)

«

M. MOUTON

«

M. DUNOYER

Chimie

M. GRAFF

«

M. MARTIN

«

M. PIERI

«

M. QUINIOU

«

M. ROUXEL

«

M. WOJTKOWIAK

«

Mlle DEBRAUX

Biologie

M. GARRIGUES

«

Mme LE DOUARIN

«

M. LE DOUARIN

«

M. SELLIER

«

M. CAVET

Sciences de la Terre

Professeurs associés

M. BRARD (ENSM)

Mécanique

Professeurs sans chaire

M. FOUQUES

Mathématiques

M. IBISCH

«

M. BARDON

Physique

M. GOUREAUX

«

M. LASKAR

«

M. LE NOUR

«

Mlle OFFRET (ENSM)

«

M. ROSIER

«

Professeurs sans chaire M. GOBIN (ENSM)

M. TOURNOUX

Chimie

«

M. CHABANEL

Biologie

M. DUPONT

«

M. SAUDRAY

«

M. OTTMANN

Sciences de la Terre

Maîtres de Conférences M. DHOMBRES

Mathématiques

M. DO (ENSM)

«

M. GATESOUBE

«

M. GAPAILLARD

«

M. LAMEAU (ENSM)

«

M. LEBORGNE

«

M. PHAN-THE-LAI (Chargé d'Enseignement)

«

M. VOGEL

«

M. DUBIGEON (Chargé d'Enseignement ENSM)

Mécanique

M. GUEVEL (ENSM)

«

M. SULMONT (ENSM)

«

M. VAUSSY (Chargé d'Enseignement ENSM)

«

M. VILAINE (ENSM)

«

M. CAILLER (IUT)

Physique

M. LE BIHAN

«

M. LE CORRE (IUT)

«

M. LE MAITRE

«

M. LONCKE

«

M. THOMAS (Chargé d'Enseignement IUT)

«

M. BOUCHY (IUT)

Chimie

M. LE MAITRE (Chargé d'Enseignement IUT)

«

Mme MARTIN

«

M. POINTEAU (ENSM)

«

M. AMOURIQ

Biologie

M. LEBRUN

«

Mme NICOLAS-PRATT

«

M. FORESTIER

Sciences de la Terre

M. NICOLAS

«

Secrétaire Général : M. LERAY

Ce travail a été effectué dans le Laboratoire de Physique du Métal que dirige Mademoiselle S. OFFRET. Je la remercie très respectueusement et très vivement de m'avoir accueilli dans son laboratoire. Je lui suis particulièrement reconnaissant d'avoir bien voulu m'accorder toute sa confiance ainsi que les meilleures conditions nécessaires à la réalisation de cette étude.

C'est sous la direction de Monsieur CAILLER qui assume la responsabilité du groupe "Emission électronique secondaire" au laboratoire que cette étude s'est poursuivie. Je le remercie tout spécialement pour son aide et ses conseils qui m'ont été particulièrement précieux.

Que Monsieur le Professeur KELLER de la Faculté des Sciences de Nice trouve ici l'expression de toute ma reconnaissance pour avoir bien voulu juger ce travail.

Mes remerciements vont également à Monsieur le Professeur MINN pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail et pour sa participation au Jury.

Je remercie très sincèrement tous les collègues et amis du laboratoire de leur aide et des fructueuses discussions que nous avons pu avoir.

Ce travail est le début d'un travail d'équipe. Daniel ROPTIN y a largement participé et je tiens à lui témoigner ma reconnaissance.

J'ai eu avec J.P. GANACHAUD d'intéressantes discussions et c'est avec plaisir que je l'invite à ce Jury.

Je n'oublierai pas les techniciens du laboratoire et je les remercie pour leur efficace collaboration.

Madame POTIRON a dactylographié ce texte. Je la remercie très sincèrement.

SOMMAIRE

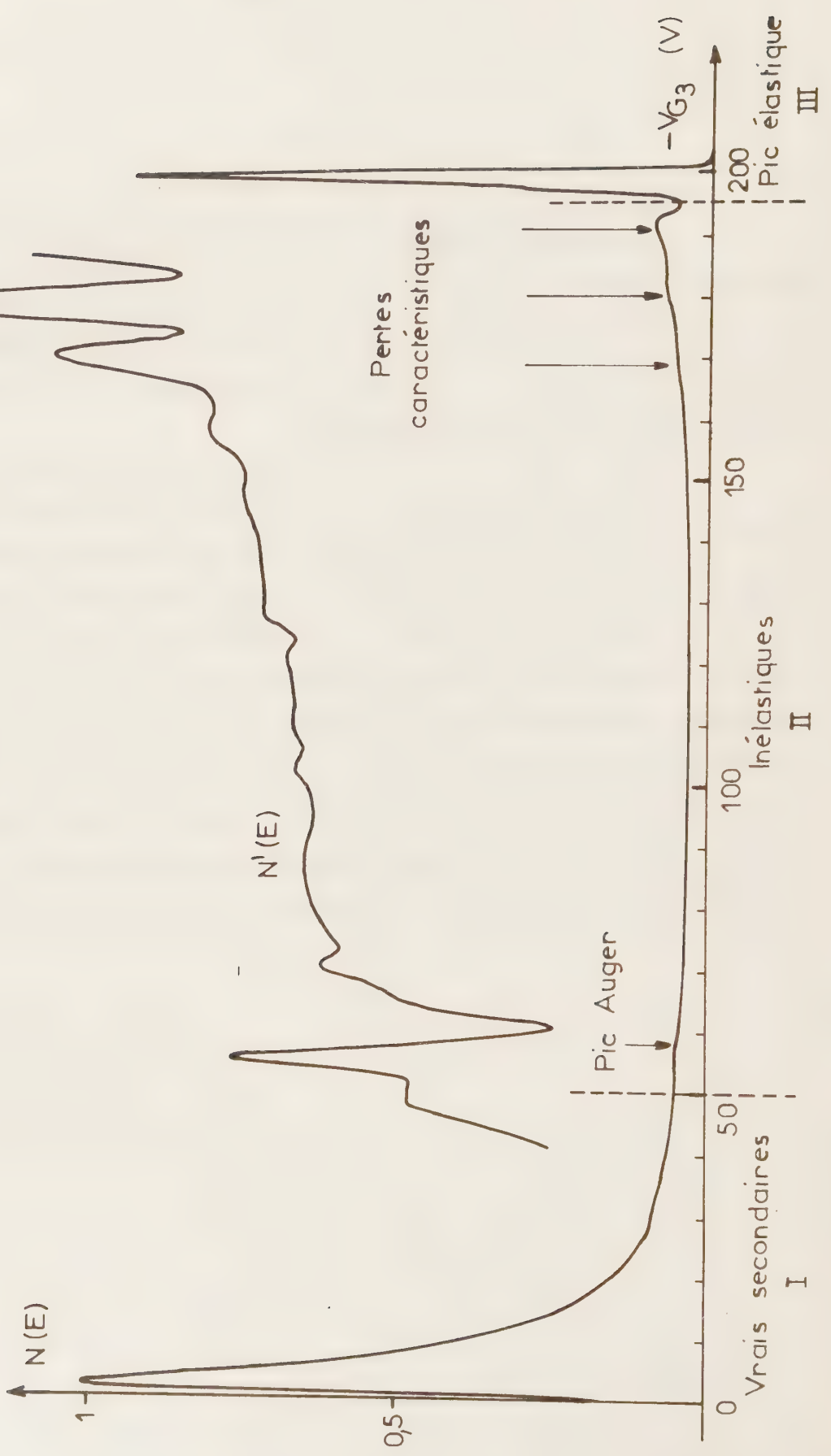
	<u>Pages</u>
INTRODUCTION	1
Chapitre 1 - GENERALITES SUR L'EMISSION ELECTRONIQUE SECONDAIRE ET L'EFFET AUGER	3
1.1 - Spectre énergétique et classification des électrons secondaires	3
1.2 - Quelques aspects de l'émission électronique secondaire	5
1.3 - Effet Auger	12
Chapitre 2 - DESCRIPTION DU MATERIEL	15
2.1 - Importance de l'ultra-vide	15
2.2 - Obtention de l'ultra-vide	17
2.3 - Equipements complémentaires	19
2.4 - Spectroscopie Auger	21
2.5 - Comparaison avec d'autres dispositifs	24
Chapitre 3 - MESURES PRELIMINAIRES	29
3.1 - Préparation de l'échantillon	29
3.2 - Mesure et influence du champ magnétique résiduel	37
3.3 - Effet des grilles	41
3.4 - Mesure de l'intensité du pic Auger ($M_{2,3}$, $M_{4,5}$, $M_{4,5}$) du cuivre pour différentes énergies primaires	60
Chapitre 4 - RESULTATS OBTENUS SUR UN MONOCRISTAL DE CUIVRE (111)	65
4.1 - Distribution énergétique	65
4.2 - Rendements σ , η	71
CONCLUSION	81

INTRODUCTION

Une surface bombardée par des électrons primaires émet en retour des électrons secondaires caractérisés par leur nombre rapporté à un primaire et par leur spectre énergétique. L'étude expérimentale de l'émission électronique secondaire a fait l'objet de nombreux travaux. Si les résultats obtenus sont assez convergents pour les rendements, on peut noter des différences importantes pour les distributions énergétiques.

Notre travail a porté sur le montage, l'adaptation à l'émission électronique secondaire, la mise au point du dispositif expérimental et à la mise en oeuvre des techniques de mesure sur une cible de cuivre. L'appareillage comporte un dispositif ultra-vide, qui, avec une pression résiduelle de 2×10^{-10} Torr rend négligeable la contamination de la surface pendant nos mesures, un analyseur à champ retardateur permettant de mesurer les différentes grandeurs caractéristiques de l'émission électronique secondaire et lorsqu'on l'utilise en spectroscopie Auger de s'assurer de l'absence de contaminants sur la surface analysée. Les premiers résultats obtenus sur un cristal de cuivre (111) pour des énergies primaires de 100 à 1500 eV sont présentés et confrontés aux résultats de la littérature. Différentes modifications et améliorations de la méthode expérimentale sont suggérées.

Spectre complet Cu(111) $E_p = 200 \text{ eV}$ fig: 1



Chapitre 1

GENERALITES SUR L'EMISSION ELECTRONIQUE SECONDAIRE ET L'EFFET AUGER

1.1 - SPECTRE ENERGETIQUE ET CLASSIFICATION DES ELECTRONS SECONDAIRES

Une surface bombardée par des électrons dits primaires émet en retour des électrons secondaires. Dès 1902, Austin et Starke [1] étudiant la réflexion des rayons cathodiques trouvèrent que la cible bombardée émettait plus d'électrons qu'elle n'en recevait. Il était donc évident que des électrons appartenant primitivement à la surface émettrice venaient s'ajouter aux électrons primaires réfléchis.

Pour classer les différents électrons du faisceau secondaire, observons fig. (1) le spectre énergétique émis par un cristal de cuivre bombardé par des primaires de 300 eV. Soit $N(E).dE$ le nombre d'électrons émis avec une énergie cinétique comprise entre E et $E+dE$.

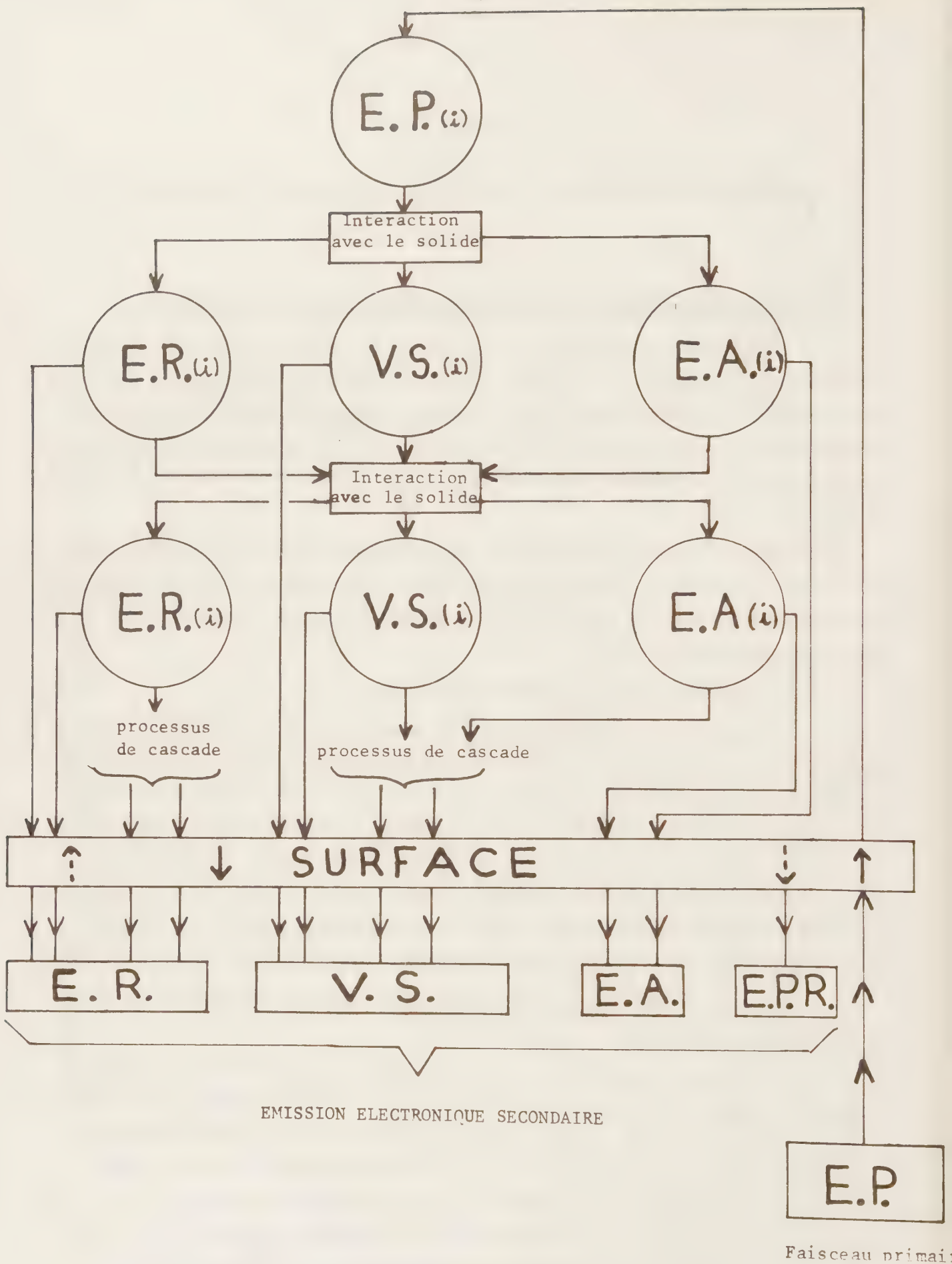
On distingue sur ce spectre trois zones :

- La zone III correspond aux électrons primaires réfléchis élastiquement. Si la surface émettrice est cristalline, ces électrons seront réfléchis préférentiellement dans des directions données par la loi de Bragg. Pour des énergies primaires de 50 eV à 150 eV cet effet est utilisé pour l'étude des structures superficielles (diffraction des électrons lents). Sur la partie basse énergie du pic élastique peuvent apparaître des petits pics représentatifs des électrons primaires qui ont perdu une quantité discrète d'énergie par exemple en créant un plasmon. Ce sont les pics des pertes caractéristiques.

- Dans la zone I, c'est-à-dire à basse énergie, on obtient le pic dit des vrais secondaires.

- La zone II correspond aux électrons primaires réfléchis inélastiquement ou ayant subi un nombre suffisamment grand de collisions pour qu'ils n'apparaissent pas à des énergies caractéristiques. Ce sont les électrons rétrodiffusés. Dans cette zone d'énergie, on trouve également les pics Auger dûs aux électrons émis après ionisation par un électron primaire et lors d'une transition non radiative. Ces électrons se distinguent des pertes caractéristiques par le fait que leur énergie ne dépend pas de l'énergie primaire.

En fait, il n'est pas possible de séparer les secondaires vrais et les primaires rétrodiffusés. La limite de séparation a été fixée arbitrairement à 50 eV.



Faisceau primaire

Fig. 2

Schéma de principe de l'émission électronique secondaire

Les différents rendements peuvent s'obtenir par intégration de la distribution énergétique. Par électron primaire incident, la surface émet σ électrons répartis en δ électrons d'énergie inférieure à 50 eV et η d'énergie supérieure à 50 eV. Soit n_p le nombre d'électrons primaires frappant la surface par unité de temps. Les rendements sont exprimés de la manière suivante :

$$\sigma = \frac{\int_0^{E_p} N(E) dE}{n_p} \quad \delta = \frac{\int_0^{50} N(E) dE}{n_p} \quad \text{et} \quad \eta = \frac{\int_{50}^{E_p} N(E) dE}{n_p}$$

avec : $\sigma = \delta + \eta$

σ est le rendement global ; η le coefficient de rétrodiffusion et δ le rendement en secondaires vrais.

La contribution à l'émission électronique secondaire δ_1 des électrons rétrodiffusés est comparable à la contribution δ_0 des primaires qui pénètrent dans la cible. On définit alors l'efficacité S des électrons rétrodiffusés, ce qui permet d'écrire que :

$$\begin{aligned} \delta_1 &= S\eta \\ \delta_0 &= \delta - \delta_1 = \delta - S\eta = \sigma - \eta(S+1) \end{aligned}$$

1.2 - QUELQUES ASPECTS DE L'EMISSION ELECTRONIQUE SECONDAIRE

a) Etude phénoménologique

Sur le schéma de la fig. | 2 | nous avons représenté le processus de création des électrons secondaires. Considérons l'interaction d'un faisceau d'électrons primaires (E,P) avec la cible. A la traversée de la surface, certains électrons sont réfléchis élastiquement (E.P.R.), les autres la franchissent (E.P(i)) et diffusent à l'intérieur du solide. Alors l'interaction du solide avec les électrons du faisceau primaire conduit ces derniers à des déflexions et à des pertes d'énergie donnant naissance à des électrons secondaires issus des couches internes ou de la bande de conduction ainsi qu'à des excitations diverses (ionisation des coeurs, excitations de plasmons volumiques et superficiels). Ces excitations s'amortiront en communiquant leur énergie à d'autres électrons du solide (effet Auger et désexcitation des plasmons).

Il s'ensuit une succession d'interactions de réflexions et de pertes d'énergie des électrons primaires et secondaires internes durant leur trajet. Un nombre relativement important de ces électrons se propageront vers la surface libre qu'ils pourront franchir si leur énergie est suffisante (supérieure à la barrière de potentiel) et si d'autre part ils sont contenus dans le cône d'émergence.

Les électrons qui quittent la cible sont alors constitués des électrons primaires réfléchis élastiquement (E.P.R.), des électrons rétrodiffusés inélastiquement (E.R.), des électrons Auger (E.A.), des vrais secondaires (V.S.). Le phénomène de cascade explique le nombre croissant d'électrons internes se présentant à la surface avec des énergies de plus en plus faibles. Le franchissement de la barrière de potentiel limite cette augmentation vers les basses énergies, d'où la présence d'un maximum dans la distribution énergétique des vrais secondaires.

Les courbes de rendements $\sigma = f(E_P)$ présentent elles aussi un maximum qui, pour les métaux et les semi-conducteurs, est obtenu pour $0,8 < \sigma_{\max} < 1,8$ et $200 \text{ eV} < E_{P \max} < 800 \text{ eV}$.

La profondeur de pénétration des électrons primaires croît avec leur énergie, tandis que leur taux de perte d'énergie décroît. Par ailleurs, on peut considérer que les électrons secondaires ont une profondeur maximale de libération qui ne dépend pas directement de l'énergie primaire. Il en résulte que le maximum du rendement doit être obtenu pour une énergie primaire telle que la profondeur de pénétration des électrons primaires coïncide avec la profondeur de libération des électrons secondaires. C'est ce que confirment les résultats expérimentaux.

b) Résultats expérimentaux récents

Depuis les observations d'Austin et Starke, de nombreux expérimentateurs ont étudié l'émission électronique secondaire. Ces études avaient essentiellement pour but de trouver les grandeurs caractéristiques des divers éléments et de leurs composés. Bruining [2] en 1954 a dressé un tableau très complet de tous ces travaux. Il a décrit les dispositifs expérimentaux, les résultats obtenus et différentes applications de l'émission électronique secondaire. Parmi celles-ci, citons les multiplicateurs d'électrons et les photomultiplicateurs qui utilisent une succession de plusieurs dynodes ayant chacune un rendement secondaire élevé. L'utilisation de 10 dynodes recouvertes d'oxyde de magnésium ou de caesium et d'argent (rendement secondaire de 10 à 20) permet d'obtenir des gains de 10^{10} . D'autres articles à caractère de revues (Hachenberg et Brauer [3] ; A.J. Dekker [4]) ont fait état des résultats expérimentaux et ont traité de l'aspect théorique de l'émission électronique secondaire. Plus récemment, en 1969, Bronshtein [5] a donné de très nombreuses références (1035), décrit les dernières mesures et fournit plusieurs résultats, en particulier les rendements σ et η pour 42 éléments.

Les résultats expérimentaux les plus récents concernent les rendements, les distributions angulaires et énergétiques. Les différentes expériences tendent le plus souvent à déterminer les facteurs qui interviennent dans les mécanismes de l'émission électronique secondaire, à savoir la portée des électrons primaires, les profondeurs de libération des électrons secondaires, les conditions angulaires de franchissement de la surface, l'influence du travail de sortie sur le franchissement de cette surface.

- Résultats concernant les rendements :

Un montage en pont primitivement décrit par Soshea [6] a permis d'obtenir les rendements σ et η avec une précision de 0,1 %. En enregistrant directement le courant secondaire et en stabilisant le courant primaire Palmberg [39] a tracé les rendements σ et η d'un cristal de germanium avant et après le dépôt d'un film de sodium. Par une méthode analogue Van Nieuwenhuyze [7] a étudié l'influence de la structure cristalline sur les rendements σ et η en fonction de l'angle d'incidence pour divers cristaux (As, Ga As ; Te).

Richard [8] a tracé les diagrammes (δ et η de l'aluminium et de l'or, ce qui permet de séparer les rendements δ_0 et δ_1 précédemment définis. Des mesures d'épaisseur de couches évaporées lui ont permis alors d'avoir accès à la profondeur d'origine des secondaires vrais. Goto [9] a proposé une amélioration de la méthode d'enregistrement de σ et η . En traçant $\frac{d\sigma}{dE_p}$ et $\frac{d\eta}{dE_p}$ pour E_p variable, il a plus facilement accès à la structure fine qui apparaît sur les courbes de rendement pour un cristal de $S_i(111)$, et pour un cristal de fer (110) (réf. [10]).

- Résultats concernant les distributions angulaires

Bruining [2] a rapporté les résultats de Jonker qui trouve, pour une cible polycristalline de Nickel, une distribution en cosinus pour les vrais secondaires et pratiquement indépendante de l'incidence primaire (0, 30 et 45°). Par contre, la distribution des rétrodiffusés est fortement influencée par cette même variation d'angle d'incidence.

Appelt [11] a observé les distributions angulaires des électrons secondaires vrais d'un cristal de cuivre 110. Il en a déduit les distributions angulaires à l'intérieur du cristal et a trouvé un très bon accord entre la position des maximums et les directions des vecteurs du réseau réciproque de ce cristal.

Plus récemment Bronshtein [12] a tracé les diagrammes polaires de η pour le berillium et le plomb pour des valeurs discrètes de l'incidence primaire

entre 0 et 85°. Le même auteur donne des résultats analogues pour l'aluminium, le cuivre, le molybdène et le tungstène (réf. [13]).

Oppel [14] et Jahrreis [15] ont tracé les distributions angulaires en réémission et en transmission de film d'aluminium et d'or sans support. Les difficultés expérimentales d'obtention de ces films minces sans support sont à la mesure des perspectives qu'elles permettent d'envisager. Ces méthodes doivent en effet donner accès au problème de pénétration et de diffusion du faisceau primaire en fonction de l'épaisseur.

- Résultats concernant les distributions énergétiques

Nous discuterons au chapitre 4 les résultats récents sur le cuivre.

Palmberg [39] simultanément aux mesures de rendement précédemment signalées pour du germanium recouvert par du sodium, a tracé les spectres énergétiques des vrais secondaires. Il met ainsi en évidence l'influence de la variation du travail de sortie sur la position du maximum de la distribution énergétique. Signalons une expérience analogue de Schaeffer [16] pour du sodium sur du platine. De nombreuses expériences (Guennou [22], Jenkins [17] [18] et [19], Powel [20], Henrich [21] ont signalé la présence de structures fines dans les distributions énergétiques de vrais secondaires pour de l'aluminium ([19], [20], [21], [22]), du magnésium ([20] et [21]) et du cuivre ([17]). Les interprétations de ces structures sont très différentes. Selon Jenkins et Powel qui ont établi une certaine corrélation entre le spectre des pertes caractéristiques et la localisation de cette structure fine par rapport au maximum du pic des vrais secondaires, il pourrait s'agir de gain d'énergie par des électrons secondaires au franchissement de la surface. Guennou et d'autres auteurs se sont accordés pour interpréter cette structure fine dans le cas de l'aluminium comme due à des transitions s'effectuant depuis la mer de Fermi vers une région de forte densité d'état située à quelques électrons-volts au dessus du niveau du vide.

Henrich a proposé de considérer les énergies des pics de la structure fine de l'aluminium comme des seuils au dessus desquels l'excitation de plasmons de surface et de volume est possible. La décroissance de la distribution énergétique serait alors modifiée à partir de ces valeurs discrètes de l'énergie, soit pour l'aluminium 10 eV et 15 eV au dessus du niveau de Fermi.

Dans l'état actuel de l'étude il ne semble pas possible de conclure sur la présence et l'interprétation de ces structures fines.

c) Aspect théorique

On s'est longtemps contenté d'expliquer l'aspect qualitatif et phénoménologique de l'émission électronique secondaire et peu de théories satisfaisantes rendent actuellement compte de ce phénomène.

- Théories semi-empiriques :

Les divers processus précédemment décrits intervenant dans le mécanisme de l'émission secondaire ont primitivement fait l'objet des simplifications suivantes :

- La perte d'énergie du faisceau primaire est constante dans une couche d'épaisseur dx , soit :

$$\frac{dE}{dx} = - \frac{E_o}{x_m} \quad \text{avec } E_o \text{ l'énergie moyenne primaire}$$

x_m portée des électrons primaires

- Le nombre d'électrons secondaires produits dans la couche dx par un électron primaire moyen est proportionnel à la perte d'énergie de cet électron dans cette couche :

$$dn_x = K \frac{E_{Po}}{x_m} dx$$

- La distribution angulaire des électrons secondaires produits dans la couche dx est isotrope, de telle sorte que $dn_\theta = \frac{1}{2} dn_x \sin \theta d\theta$.

- L'absorption des électrons secondaires suit une loi exponentielle et seuls dn_s électrons peuvent sortir du solide.

$$dn_s = dn_\theta \cdot e^{-\frac{\alpha x}{\cos \theta}}$$

Avec ces hypothèses simples, Cailler [23] obtient ainsi une expression du rendement :

$$\delta = \frac{1}{2} K \frac{E_{Po}}{x_m} \int_0^{x_m} dx \int_0^\pi e^{-\frac{\alpha x}{\cos \theta}} \sin \theta d\theta$$

La courbe de rendement ainsi obtenue $\frac{\delta}{\delta_m} = f\left(\frac{E_{Po}}{E_{Pmax}}\right)$ rendait assez bien compte des résultats expérimentaux.

- Théories quantiques à formulation analytique :

Les théories développées jusqu'ici s'appuient presque exclusivement sur l'équation de transport de Boltzmann (Wolff, Puff et Amélio). L'approche

analytique de l'émission électronique secondaire nécessite la séparation des différents processus qui sont à l'origine de ce phénomène. On distingue habituellement 3 aspects physiques essentiels :

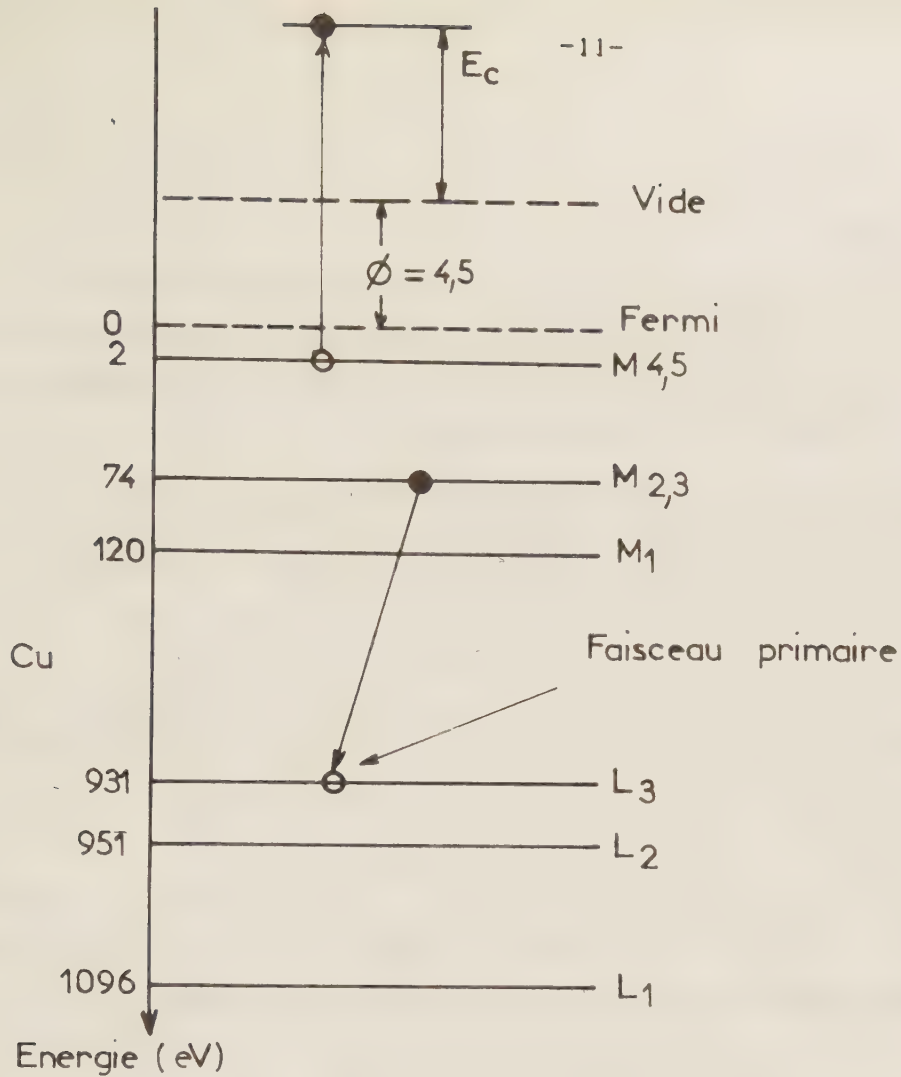
- a) l'excitation des électrons de la cible par le faisceau électronique primaire,
- b) le transport des électrons excités vers la surface libre,
- c) les conditions de sortie des électrons ayant atteint l'interface métal-vide.

En utilisant les résultats de Puff et de Wölff pour le transport, Caillier [24] a déterminé une fonction source pour les métaux nobles et obtenu des courbes de rendement et de distribution énergétique qui pouvaient s'accorder avec les résultats expérimentaux existants.

- Théories quantiques et méthode de simulation

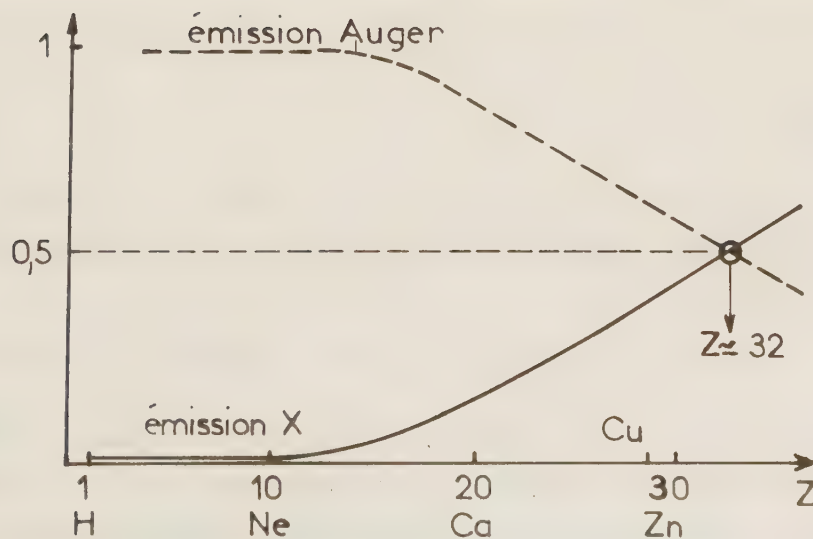
Avec les mêmes hypothèses physiques que précédemment, Caillier et Ganachaud ont utilisé une méthode de traitement dite de simulation de Monte Carlo. Cette méthode permet de se libérer des difficultés de résolution analytique et en même temps de la séparation artificielle en trois processus élémentaires. En simulant de façon unitaire le phénomène global, ils ont obtenu avec un modèle de diffusion empirique des résultats s'accordant bien avec l'expérience (réf. 25). Le modèle a été amélioré en considérant simultanément d'une part, des collisions inélastiques avec une section efficace différentielle du type : $\frac{1}{q^2} I_m \left(\frac{1}{\varepsilon(\omega)} \right)$ où $\vec{q}$ et ω sont les transferts d'impulsion et d'énergie mis en jeu et d'autre part des collisions élastiques avec une section efficace différentielle calculée par la méthode des déphasages. Les premiers résultats obtenus (réf. (26) et (27)) pour les courbes des rendements du cuivre avec la constante optique de Beaglehole sont en excellent accord avec les résultats expérimentaux de Bronshtein.

Plus récemment, Mignot [28] a utilisé avec succès ce même modèle pour le traitement de l'émission électronique secondaire de l'or et de l'argent.



Mécanisme de l'émission Auger
Transition $L_3 M_{2,3} M_{4,5}$

fig: 3



Rendement d'émission X
et d'émission Auger
(ionisation d'une couche K)

fig: 4

1.3 - EFFET AUGER

En 1952, Auger a observé dans une chambre de Wilson des traces ayant même origine que celles de photoélectrons. Il a alors avancé l'hypothèse d'une émission électronique lors de la réorganisation non radiative d'un atome après excitation d'une couche interne.

Le mécanisme de cette émission est représenté sur la fig. [3] dans le cas du cuivre. Après ionisation d'une couche L_3 , un électron d'une couche $M_{4,5}$ est émis lors de la transition non radiative $M_{2,3} \rightarrow L_3$. L'électron Auger est caractérisé par les 3 niveaux d'énergie qui interviennent. Dans ce cas, il s'agit de la transition $L_3 M_{2,3} M_{4,5}$. L'énergie $E_{L_3} - E_{M_{2,3}}$ qui apparaît ici peut être dissipée sous forme d'un rayonnement X ou être communiquée à un électron des couches supérieures ($M_{4,5}$ dans notre exemple). L'énergie cinétique de l'électron ainsi émis est $E_c = E_{L_3} - E_{M_{2,3}} - E_{M_{4,5}} - \Phi$.

En fait, l'énergie de liaison $E_{M_{4,5}}$ est modifiée à cause de l'ionisation initiale. Burhop [29] et de nombreux auteurs s'accordent pour prendre l'énergie du niveau correspondant de l'atome de numéro atomique $(Z+1)$.

$$E_c = E_A(Z) - E_B(Z) - E_C(Z+1)$$

Dans ce cas, l'énergie E_c est comptée par rapport au niveau de Fermi.

En utilisant cette relation Strausser et Uebbing ont dressé une charte des transitions Auger et rapporté les différentes valeurs expérimentales observées.

Chang [30] remarque que les valeurs expérimentales correspondent à :

$$E_c = E_A(Z) - E_B(Z) - |E_C(Z) + \Delta(E_C(Z+1) - E_C(Z))|$$

avec : $\frac{1}{2} < \Delta < \frac{3}{4}$

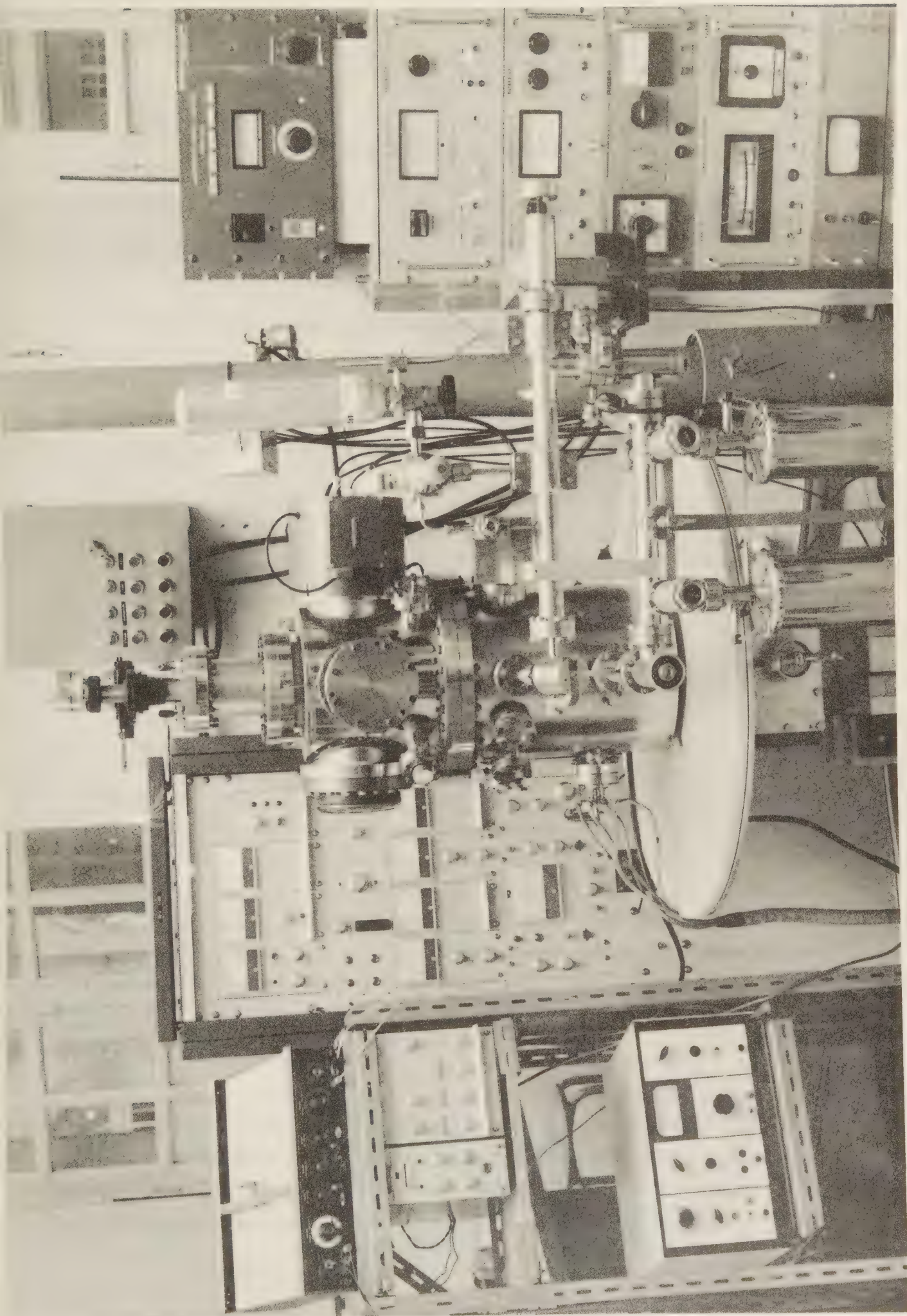
Cette relation n'est bien sûr pas commode pour établir une table des transitions Auger, et Jenkins [31] calcule les différentes transitions du cuivre avec la relation :

$$E_c = E_A(Z) - \frac{1}{2} |E_B(Z) + E_B(Z+1)| - \frac{1}{2} |E_C(Z) + E_C(Z+1)|$$

Il obtient alors un bon accord avec les valeurs expérimentales comme nous le verrons dans le tableau [D] du chapitre 3. Cette relation est utilisée par Yasko [32] pour calculer les transitions d'énergie inférieures à 2 keV pour les éléments de numéro atomique 5 à 103.

La spectroscopie Auger n'a connu qu'un développement récent. En effet, si Lander dès 1953 observe des électrons Auger dans l'émission secondaire de matériaux bombardés par des électrons de 1 000 eV, ce n'est qu'en 1968 que Harris [33] propose une solution simple pour séparer les pics Auger du spectre secondaire. Il trace la dérivée du spectre énergétique de telle sorte que les transitions Auger apparaissant en pic positif et négatif sont plus facilement localisées. Les utilisateurs de cette méthode s'accordent pour prendre pour énergie de la transition la valeur correspondant à la position du pic négatif. Cette méthode est justifiée par la forme dissymétrique du pic Auger dans le spectre $N(E)$. La spectroscopie Auger a connu depuis lors un développement rapide, qui en fait une méthode efficace d'analyse superficielle. La sensibilité de cette méthode est de l'ordre du $\frac{1}{1000}$ ème de monocouche. On peut en outre remarquer que le rendement ω d'émission X décroît avec le numéro atomique comme $\omega = \frac{1}{1 + \frac{a}{Z^4}}$ d'après Burhop [29]. Nous avons représenté sur la fig. 4 cette variation pour une couche K pour laquelle Burhop propose de prendre $a = 1,12 \times 10^6$. Il apparaît que pour Z inférieur à environ 32 le processus de désexcitation par émission Auger est plus probable que l'émission X pour une couche K. La spectroscopie Auger doit donc présenter l'avantage d'une détermination efficace des éléments légers.

L'aspect quantitatif de cette méthode a donné lieu à quelques études dont nous discuterons au chapitre 3.

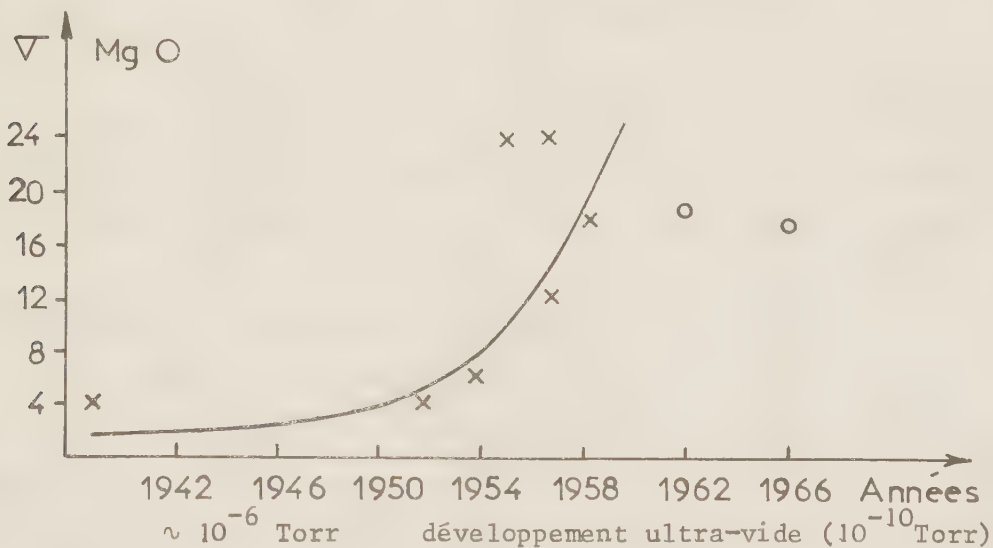


Chapitre 2

DESCRIPTION DU MATERIEL

2.1 - IMPORTANCE DE L'ULTRA-VIDE

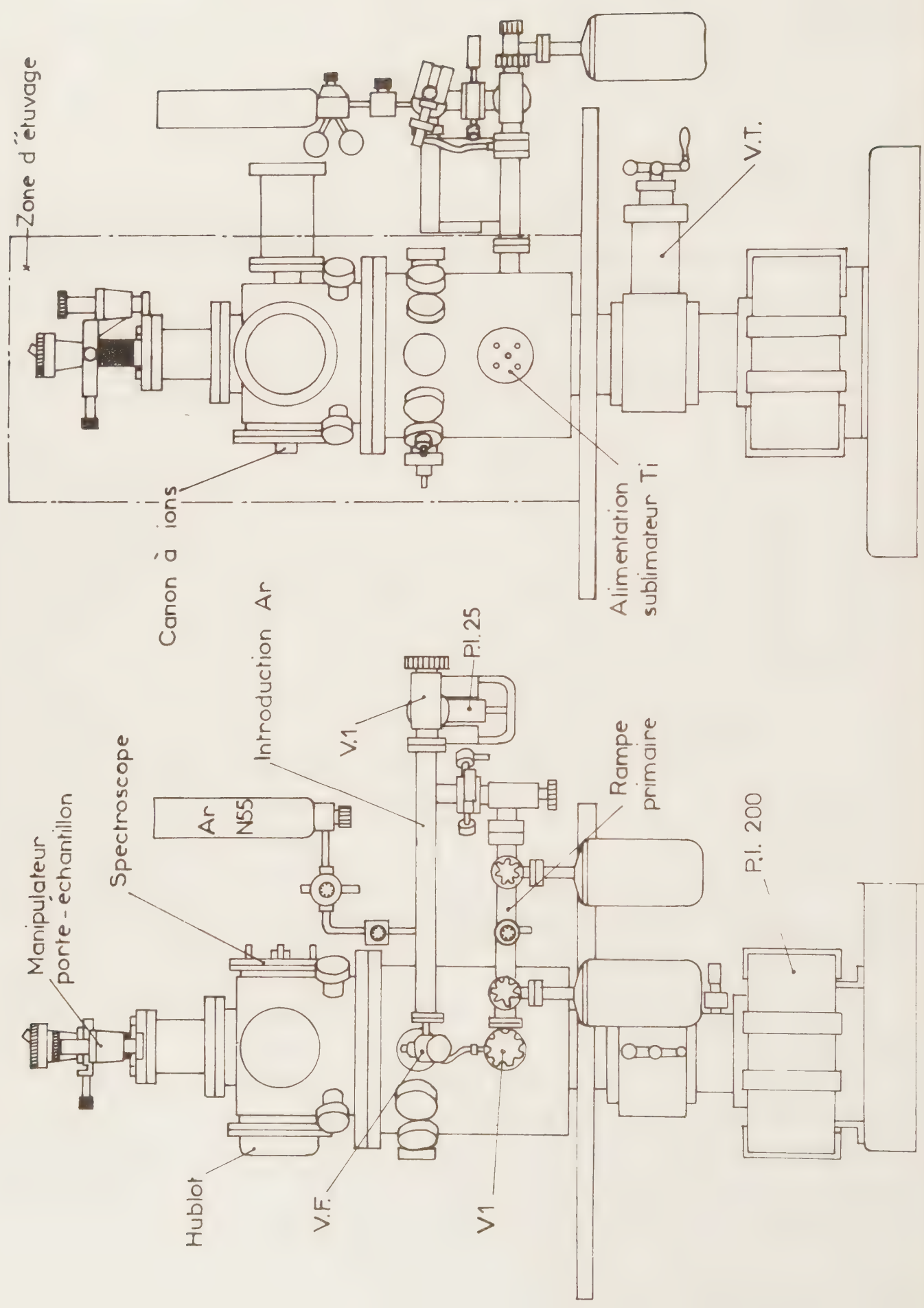
La profondeur de libération des électrons secondaires est de l'ordre de quelques couches atomiques. L'émission électronique secondaire est donc susceptible d'être fortement marquée par la nature de la surface. Par conséquent, la qualité du vide est un critère déterminant de la qualité d'une mesure. L'évolution des techniques du vide a permis de préciser et parfois de modifier des valeurs précédemment obtenues dans des conditions de vide médiocres.



La courbe ci-dessus d'après Milek^x, complétée par Touzillier^o [34] est un exemple frappant de l'influence des techniques de l'ultra-vide sur les mesures de rendement de Mg O.

La théorie cinétique des gaz permet de calculer quelques grandeurs significatives du vide obtenu.

Ainsi, le libre parcours moyen λ donne la distance moyenne effectuée par une molécule entre deux chocs successifs. On peut en déduire le nombre N de molécules frappant par seconde un cm^2 de paroi. Nous avons reporté les valeurs données par Robinson [35] dans le tableau |A| en y ajoutant le temps τ de formation d'une monocouche de molécules de diamètre $3\text{\AA}$.



pression	1 Atmosphère	10^{-6} Torr vide secondaire	10^{-10} Torr ultra-vide	10^{-14} Torr limite actuelle
λ	10^{-5} cm	70 m	700 km	7 000 000 km
N	3×10^{23}	$3,5 \times 10^{14}$	$3,5 \times 10^{10}$	$3,5 \times 10^6$
τ	4×10^{-9} sec	3 sec.	9 h	10 ans

Tableau |A |

Le calcul du temps τ ne tient pas compte de la probabilité de fixation de la molécule (probabilité dépendant de la nature de la surface et de la molécule) ni de l'évolution de cette probabilité en fonction du taux de remplissage de la couche. Le temps de contamination d'une surface est en réalité nettement supérieur au temps τ calculé.

Seah [36] étudiant un film monocristallin d'argent à une pression résiduelle de 5×10^{-11} Torr essentiellement constituée d'argon et de monoxyde de carbone estime le temps d'adsorption d'une monocouche à plus de 10 ans.

2.2 - OBTENTION DE L'ULTRA-VIDE

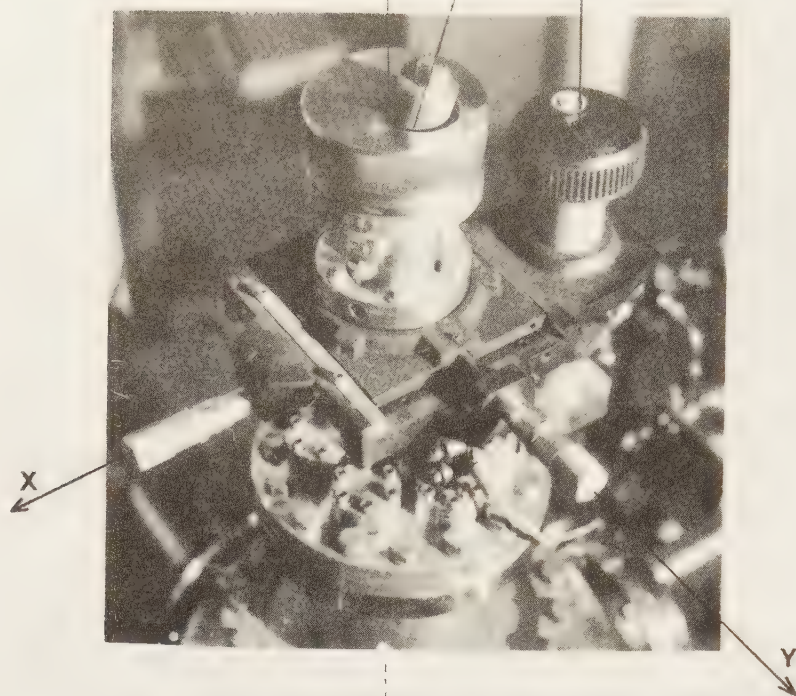
Nous avons fait l'acquisition d'un groupe ultra-vide Riber. Un vide résiduel de 2×10^{-10} Torr est couramment obtenu. Le groupe comprend une chambre de mesure en acier amagnétique. Les tubulures et brides sont en acier de même nature. Les étanchéités des parties démontables sont assurées par des joints en cuivre. Les différents éléments nécessaires à l'obtention et à la mesure d'un vide élevé sont repérés sur le schéma [5]. Ils sont constitués par :

- une rampe de prévidage :

2 pompes cryogéniques utilisées successivement permettent d'abaisser la pression résiduelle dans l'enceinte à moins de 10^{-2} Torr. Une jauge à thermocouple contrôle l'obtention de ce vide primaire. Une vanne V_1 à clapet métallique isole la partie ultra-vide ;

- une pompe ionique diode P.I.200 :

Cette pompe a une vitesse de pompage de 200 l/sec. à 10^{-7} Torr. Elle est composée par moitié d'éléments en titane et d'éléments en titane et tantale. Ces derniers sont plus efficaces pour la fixation des gaz rares. Une vanne tiroir V,T isole la pompe ionique lors de la remise à la pression atmosphérique de la



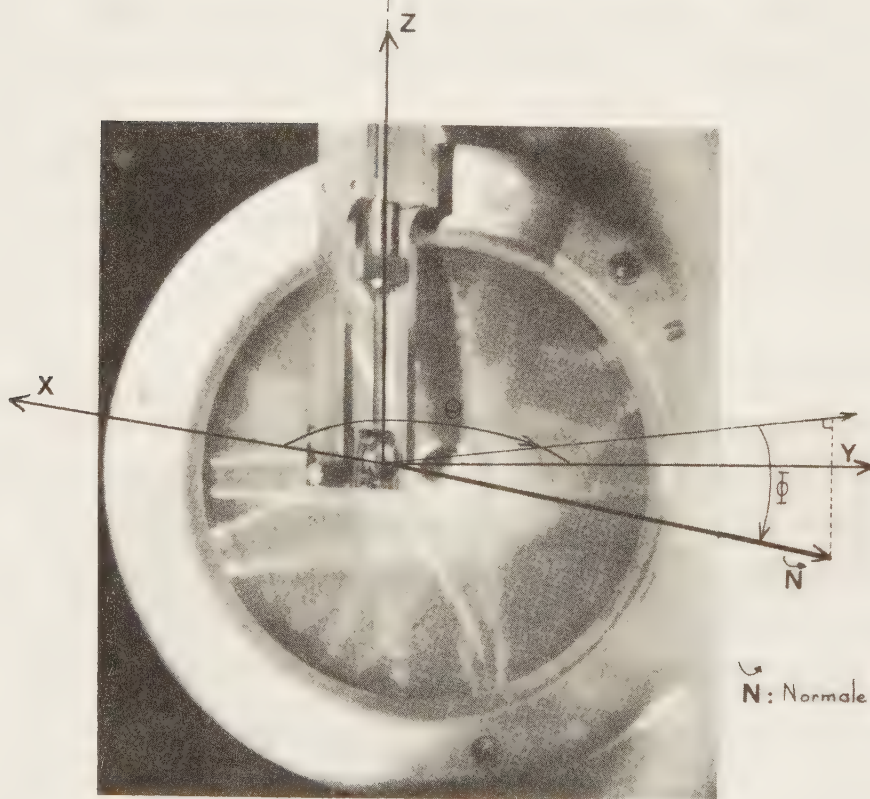
$$-12.5 \text{ mm} < X < +12.5 \text{ mm}$$

$$-12.5 \text{ mm} < Y < +12.5 \text{ mm}$$

$$-20 \text{ mm} < Z < +20 \text{ mm}$$

$$0^\circ < \theta < 360^\circ$$

$$-90^\circ < \Phi < +10^\circ$$



$\vec{N}$: Normale à la surface

POSITIONNEMENT DE L'ECHANTILLON

FIG: 6

chambre de mesure ou pendant les cycles de bombardement ionique.

- une sublimation de titane :

La sublimation du titane est obtenue à partir d'un filament alimenté sous 50 A maximum. La sublimation intervient en continu au début du pompage secondaire et par périodes de 30 sec. de plus en plus espacées (quelques minutes à quelques heures) au fur et à mesure de l'obtention d'un vide élevé. Le titane est déposé sur une paroi ("puits" de sublimation). Il est nécessaire de refroidir cette paroi par une circulation d'air "sec". L'efficacité du titane peut être accrue par une circulation d'air liquide. Dans ce dernier cas, la vitesse de pompage peut atteindre 3 000 l/sec.

- un dispositif d'étuvage :

Après remise à la pression atmosphérique et obtention d'un vide suffisant ($\sim 10^{-8}$ Torr), l'enceinte peut être placée dans une étuve calorifugée et réglée en température (300°C maximum) ce qui a pour effet d'accélérer le processus de désorption des parois. Le temps d'étuvage est de l'ordre de 24 heures mais dans le cas d'une simple introduction d'échantillon, il peut être considérablement réduit et la température d'étuvage abaissée à 150°C.

- la mesure du vide secondaire :

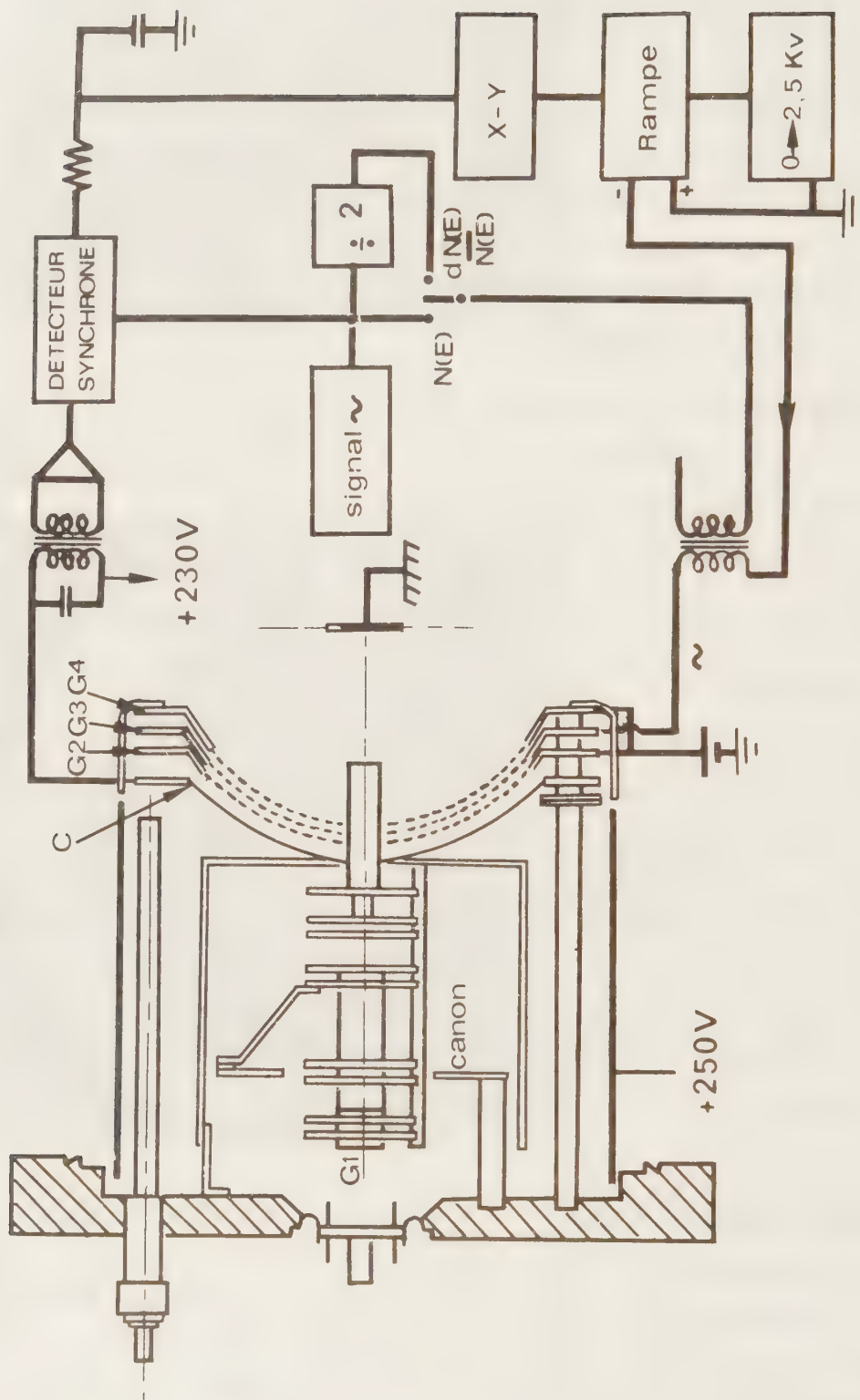
La mesure de la pression peut être obtenue par simple lecture du courant ionique débitée par la pompe PI 200.

Une jauge Bayard Alpert placée à proximité de l'échantillon donne une indication plus précise de la pression résiduelle au niveau de la mesure. Cette jauge est une jauge triode classique dont les positions du filament et du collecteur sont inversées. Cette inversion a pour but de réduire l'angle solide sous lequel le collecteur reçoit les rayons X de la grille. L'atténuation du courant résiduel dû à ces rayons X permet l'utilisation d'une telle jauge dans l'échelle des 10^{-11} Torr.

2.3 - EQUIPEMENTS COMPLEMENTAIRES

- Positionnement de l'échantillon : fig. | 6 |

Un "manipulateur" Varian positionne avec précision l'échantillon pour la mesure et le présente successivement vers le spectroscope ou le bombardement ionique. Les différents degrés de liberté repérés sur la figure sont obtenus par la déformation de 2 soufflets métalliques. Un chauffage indirect (température maximale de l'échantillon 1300°C) est incorporé dans le porte échantillon.



Diffracteur d'Electrons lents à 3 grilles
Connexions pour Spectroscopie Auger

- Bombardement ionique :

Le canon à ions Riber a été conçu à partir d'une jauge Bayard Alpert, la chambre d'ionisation (filament - grille) étant identique. Le collecteur axial est remplacé par une plaque extractrice E. Cette similitude autorise l'utilisation de l'alimentation de la jauge pour ce canon. L'indication de cette alimentation correspond au courant ionique capté par E. L'énergie des ions est variable en appliquant un potentiel négatif $-V$ à la cible. Cette énergie est ici égale à $(V+180)\text{eV}$.

La canalisation d'introduction de l'argon a été fixée au-dessus de la rampe primaire. Le nettoyage de cette canalisation est assuré par un étuvage sous ultra-vide. Deux vannes V_1 à clapet métallique isolent cette canalisation d'une part de la rampe primaire et d'autre part d'une pompe ionique PI 25. L'argon est introduit dans la canalisation sous pression atmosphérique puis progressivement dans le dispositif de mesure par la vanne de fuite V.F.

2.4 - SPECTROSCOPE AUGER : fig. | 7 |

Le choix d'un spectroscope Auger pour les mesures d'émission électronique secondaire permet de connaître la propreté de la surface au moment de la mesure. Le dispositif utilisé a été fabriqué par Vacuum Generators.

Faisceau primaire : fig. | 8 |

Le faisceau primaire est obtenu à partir d'un canon pentode à cathode à oxyde (La B_6). L'énergie $e \times E_p$ des électrons est fixée en appliquant un potentiel $-E_p$ au filament, la dernière anode A_4 étant à la masse pour ne pas perturber le champ électrique au niveau de la mesure.

Une régulation automatique du courant émis I_e par le filament est obtenu en agissant sur le courant de chauffage I_F . Le courant primaire est ainsi stabilisé indirectement.

Après avoir établi le courant de chauffage I_F à 2,9 A, 2h auparavant, nous avons contrôlé que les fluctuations du courant cible ne dépassaient pas 1 % pendant 30 mm d'enregistrement. Ce contrôle a été effectué pour plusieurs valeurs de l'énergie primaire. Par la suite, nous avons conservé pour I_F cette valeur de 2,9 A. La tension sur A_1 a été fixée à 640 V par rapport à la cathode afin d'obtenir une extinction de l'émission pour $G_1 = -50$ V. Pour chaque énergie primaire les tensions de A_2 et de A_3 sont réglées afin d'obtenir une focalisation optimale. Le courant maximum émis par le filament est de 1 mA, ce qui correspond à un courant primaire I_p d'environ 4 μ A. Le diamètre du faisceau est selon le constructeur inférieur ou égal à 1 mm pour $E_p = 50$ eV. Les observations des

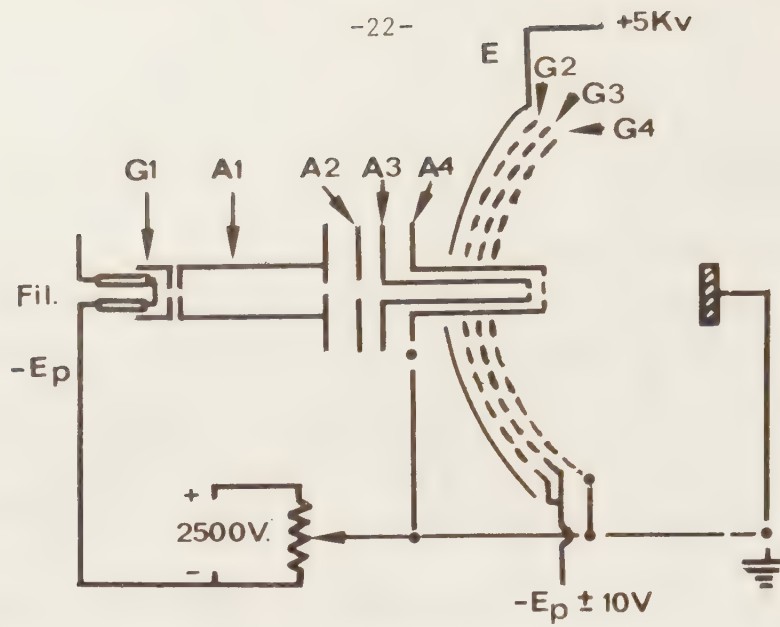
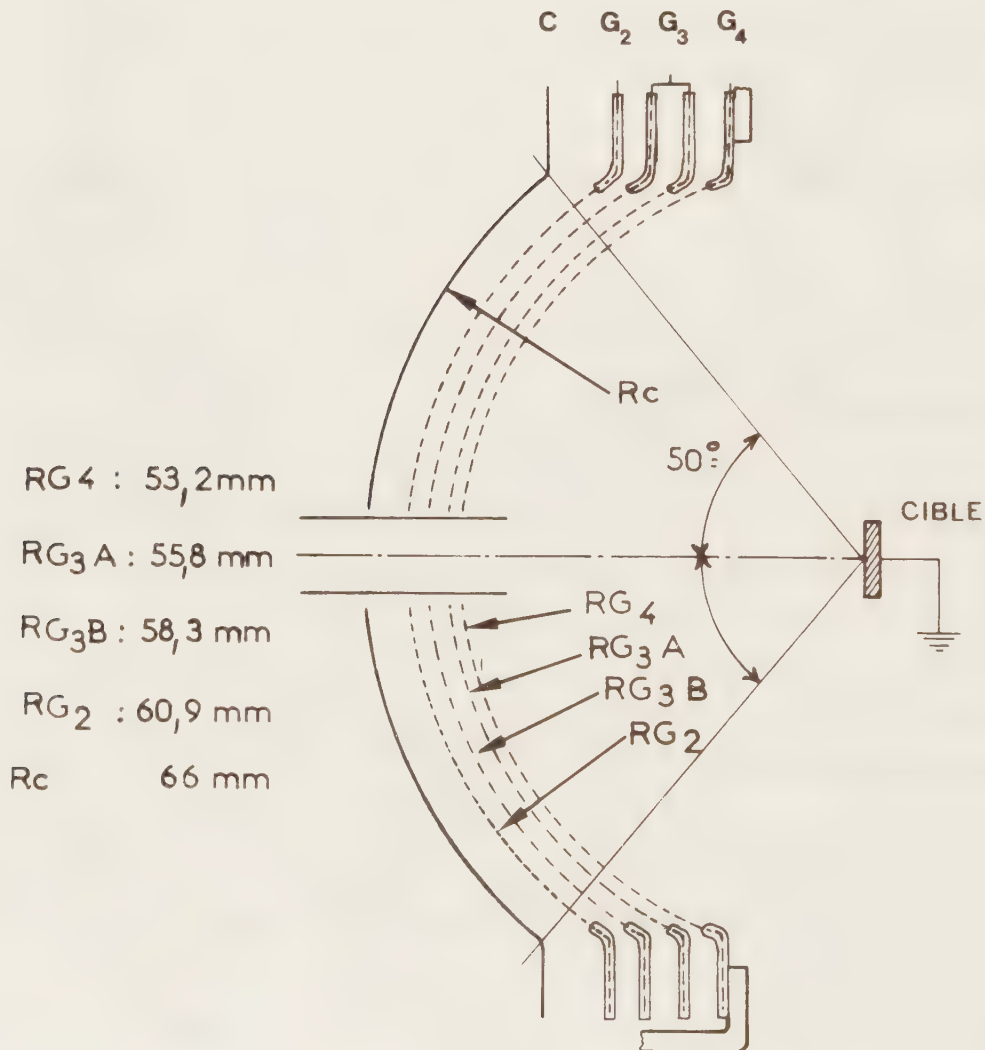


FIG. 8 Diffracteur d'Electrons lents a 3grilles



Optique 4 grilles fig: 9

diagrammes de diffraction confirment cet ordre de grandeur pour les basses énergies de 50 eV à 300 eV. L'observation directe du spot pour les énergies supérieures à 500 eV montre que ce diamètre est alors inférieur à 0,5 mm.

- Optique électronique à champ retardateur :

4 grilles et un collecteur sphériques fig. | 9 | axés sur le canon à électrons sont utilisés pour analyser l'émission secondaire d'une cible placée au centre du dispositif et bombardée sous incidence normale.

Les grilles sont en acier inoxydable (fils de 0,04 mm et 31 mailles par cm). La transparence géométrique peut être évaluée à 75 % par grille.

La grille G_4 est normalement à la masse et dans ce cas assure une zone de champ libre autour de l'échantillon.

La grille G_3 est à un potentiel $-V_R$ de façon à ne laisser passer que les électrons d'énergie $e \times E_S > V_R$. La grille G_3 est dédoublée ce qui augmente la résolution de l'appareil ($\times 3$).

La grille G_2 , grille supresseuse, également à la masse bloque l'émission tertiaire du collecteur et diminue la capacité entre ce dernier et la grille G_3 .

Le collecteur accélère les électrons filtrés par les 4 grilles sous 230 V.

Le courant continu I_c reçu par le collecteur correspond aux électrons secondaires émis dans un cône d'angle au sommet 100° , soit :

$$I_c = \tau_t \times \int_{-V_R}^{E_P} N(E) dE$$

avec $\tau_t \equiv$ transparence des 4 grilles ($\tau_t \sim 30 \%$)

La distribution énergétique $N(E)$ est obtenue en superposant sur la grille G_3 une modulation au potentiel retardateur. Son amplitude varie de quelques mV à 10 V et sa fréquence est de 4,75 k Hz. L'amplitude du signal de même fréquence reçu par le collecteur est proportionnelle à la distribution énergétique $N(E)$.

La dérivée $\frac{dN}{dE}$ de cette distribution, communément appelée spectre Auger, correspond au signal de fréquence double. Pour effectuer cette détection, il est cependant plus facile de diviser par deux la fréquence de la modulation, le détecteur synchrone restant calé sur la fréquence de 4,75 k Hz. L'enregistrement du spectre énergétique ou de sa dérivée est effectué sur une table traçante X Y. Le potentiel retardateur varie linéairement en fonction du temps entre des limites extrêmes de + 20 V et - 2,5 kV. Le signal envoyé en X

est égal à $\frac{VR}{250}$.

Avant d'effectuer une mesure, les réglages suivants sont nécessaires :

* Réglage de l'accord du préamplificateur sur la fréquence de modulation.

* Neutralisation de la capacité entre la grille G_3 et le collecteur par un montage en pont. Le signal direct dû à la capacité ainsi atténuée n'est pas détectable lors des enregistrements de spectre secondaire.

* Focalisation des électrons primaires. L'ajustement de A_2 et A_3 est réalisé en maximisant le pic élastique de la distribution énergétique. Nous avons constaté qu'alors le courant cible passe par un minimum, ce qui permet un réglage fin de la focalisation.

La résolution R d'un tel dispositif est définie en pourcentage par les utilisateurs comme étant la largeur ΔV en eV à mi-hauteur du pic élastique pour une énergie primaire $E_p = 100$ eV.

$$\text{Si } E_p \neq 100 \text{ eV, on a } R \% = 100 \times \frac{\Delta V(V)}{E_p(V)}$$

Avec une optique 3 grilles, nous avons mesuré pour une cible de cuivre, et pour $E_p = 100$ eV, $\Delta V = 3,4$ V, soit $R = 3,4$ %.

Le dédoublement de la grille retardatrice a donné dans les mêmes conditions $R = 1,4$ %. L'application d'un potentiel légèrement positif ($0 \rightarrow 15$ V) sur G_4 n'a pas altéré cette résolution contrairement aux résultats de Cross [37] qui pour $E_p = 60$ eV notait une modification de la résolution de 1,4 % à 1,6 % pour une même variation de V_{G_4} .

- Utilisation en diffracteur :

Les grilles G_4 à la masse, G_2 et G_3 à $-E_p + \Delta V'$ ($\Delta V'$ de 0 à 10 V) filtrent les électrons élastiques qui sont post-accélérés sous 3, 5 ou 7 kV sur le collecteur fluorescent (couche de Willemite sur le collecteur en aluminium).

Etant donné la faible pénétration des primaires pour des énergies primaires E_p de 50 à 400 eV, les diagrammes observés rendent compte des structures superficielles.

2.5 - COMPARAISON AVEC D'AUTRES DISPOSITIFS

* Filtrage par focalisation dans un champ électrique.

Les électrons d'énergie e E_s émis dans un faible angle solide peuvent être focalisés par un champ électrique appliqué entre deux plaques

cylindriques ou sphériques. De nombreux appareils utilisant ce principe ont été développés pour les études d'émission électronique secondaire. Parmi ceux-ci, citons :

- l'analyseur à 127° de Harrower [38] pour l'étude des spectres $N(E)$ de Mg et W. Harris [33] par adjonction de la modulation avec un dispositif analogue a tracé les spectres Auger de fer, d'acier et d'alliages Cu-Ni.

- l'analyseur cylindrique à miroir de Palmberg [39]. C'est actuellement l'appareil le plus sensible pour la détection Auger.

Les analyseurs électrostatiques sont cependant peu adaptés aux mesures des spectres de vrais secondaires, car d'une part ils ne collectent les électrons que dans un faible angle solide (réduction par $\sim 10^4$ du courant reçu) et d'autre part, le courant sur le collecteur est proportionnel à $E \times N(E)$.

Comme ce courant est généralement amplifié par un multiplicateur d'électrons dont le gain G est fonction de l'énergie, on a la relation :

$$I_c = G(E) \times E \times N(E)$$

La distribution d'énergie n'est donc obtenue qu'à un terme correctif près.

Par contre, l'analyseur électrostatique agit comme un filtre passe bande, c'est-à-dire que le courant collecteur ne correspond qu'à une tranche d'énergie. L'analyseur à champ retardateur agissant comme un filtre passe-haut, il est évident que le rapport signal/bruit sera plus important pour un analyseur électrostatique. D'après Ignatiev [40], ce rapport est multiplié par 100 entre un analyseur cylindrique à miroir et une optique 4 grilles.

Taylor [41] comparant les résolutions et sensibilités d'une optique 4 grilles et d'un secteur à 127° , conseille l'utilisation de la première pour les basses énergies.

* Variations dans l'utilisation des optiques à champ retardateur :

- application de la modulation :

Palmberg [42] avait primitivement suggéré l'application de la modulation sur la cible ou sur la grille retardatrice. Lorsque la modulation est appliquée sur la cible, le champ retardateur et l'énergie primaire sont modulés en phase. Dans ce cas, le pic élastique et les pertes caractéristiques n'apparaissent pas dans le spectre mesuré. C'est de cette manière que Guenou [43] trace les spectres basse énergie de l'Aluminium, du Magnésium et de leurs oxydes.

Gerlach [44] puis Skinner [45] utilisent 3 types de modulation :

type	modulation	spectre enregistré
A	grille retardatrice	spectre total
B	faisceau primaire	spectre de pertes
C	faisceau primaire grille ⁺ retardatrice	spectre secondaire

- Autres procédés de dérivation :

- Bronshtein [46] dérive le courant secondaire avec un circuit R C et trace le spectre énergétique de nombreux éléments.

- Hoelzel [47] améliore la méthode par l'utilisation d'amplificateur opérationnel. Noiray [48] décrit le principe de cette dérivation.

- Touzillier [34] propose une méthode impulsionnelle qui se révèle suffisamment précise pour étudier l'influence de la température sur la distribution énergétique du Germanium.

* Autres montages :

- Seah [49] utilise un montage original. Il sépare d'une part les observations par transmission de la diffraction des électrons lents et, d'autre part la mesure dans un faible angle solide (12 millistéradians) du courant reçu par un collecteur. Dans ce dernier cas, il peut faire des distributions angulaires ou énergétiques.

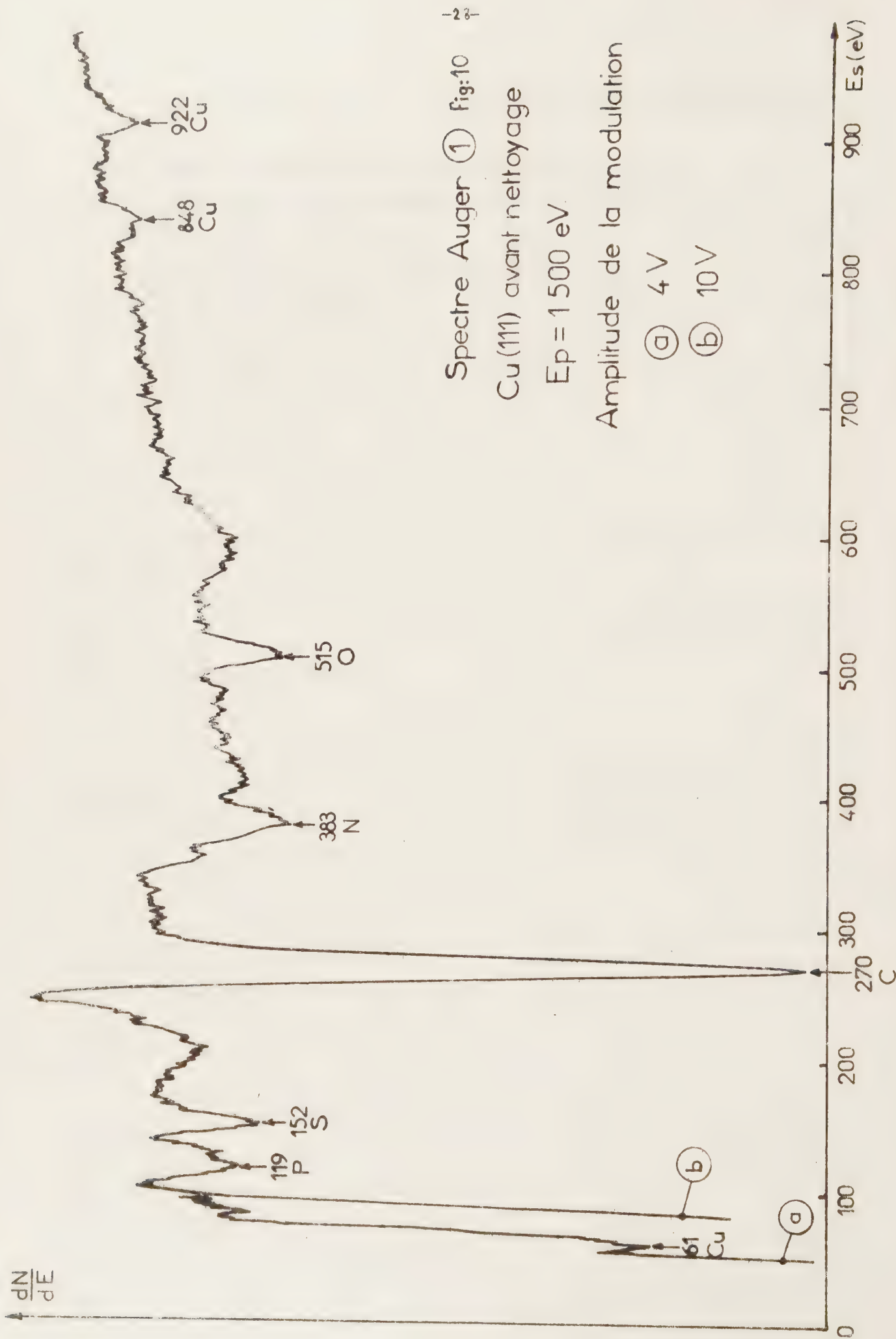
- Huchital [50] décrit un système utilisant 2 grilles et un post monochromateur. Une optique 2 grilles à champ retardateur laisse passer les électrons d'énergie suffisante. Un analyseur électrostatique collecte les électrons ayant l'énergie la plus basse. La résolution d'un tel appareil est du même ordre de grandeur que celle des analyseurs cylindriques.

- Certains auteurs préconisent l'utilisation soit d'une couche de suie sur le collecteur [49], soit d'un mélange de suie et de phosphore [45]. Ceci a pour effet de réduire l'émission tertiaire du collecteur et dans le cas d'un écran fluorescent de supprimer les phénomènes de charge.

- Pour atténuer les phénomènes de charge d'espace, il est recommandé d'appliquer une tension légèrement positive sur la grille interne de l'analyseur. Nous reportons dans le tableau [B] les valeurs conseillées en précisant la

nature des grilles et de l'échantillon.

	Palmberg 42	Seah 49	Henrich 21
tension grille	2 V	1,5 V	1,35 V
nature des grilles	?	tungstène	chromé $\varnothing \sim 4,6 \text{ eV}$
nature de l'échantillon	Ge et Ge-Na	Cu Ag	Al



Chapitre 3

MESURES PRELIMINAIRES

3.1 - PREPARATION DE L'ECHANTILLON

a) Avant introduction sous vide :

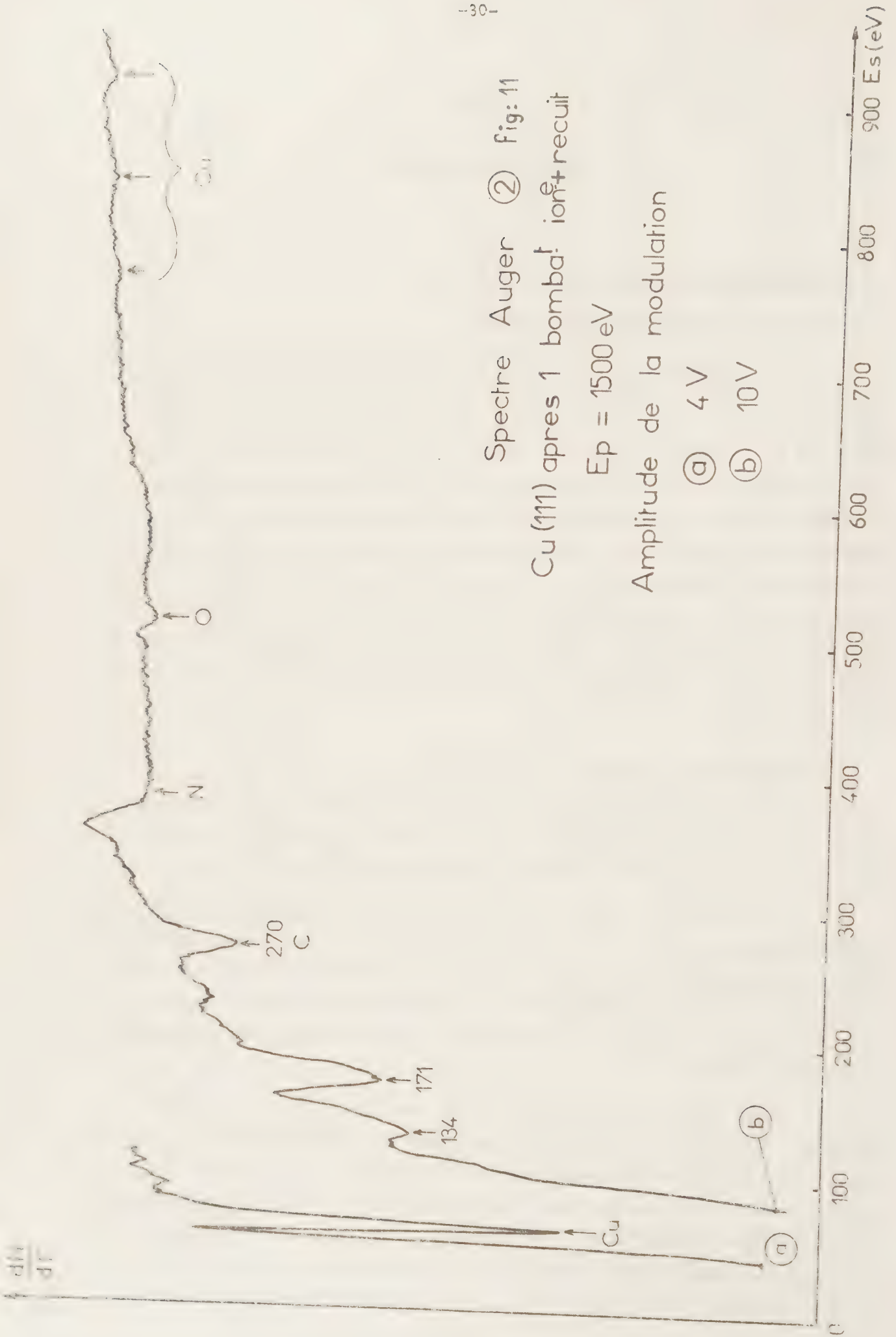
L'échantillon a été obtenu à partir d'un barreau monocristallin de cuivre (5N) d'axe $|111|$ obtenu au laboratoire par la méthode de Bridgman. L'orientation de la face cristalline de ce barreau a été obtenue avec une précision de l'ordre du degré par réglage progressif de la tache centrale d'un diagramme de Laué. Un petit disque de 1,5 mm d'épaisseur et de 6 mm de diamètre découpé par électroérosion constitue notre cible. La surface à analyser a été ensuite polie mécaniquement à la pâte diamant (1 μ) puis électrolytiquement dans une solution d'acide orthophosphorique à 50 %. L'échantillon est ensuite alternativement rincé dans une solution d'acide orthophosphorique à 10 % et dans de l'eau distillée. Après un rinçage de 5 mn dans de l'eau distillée, il est séché dans un jet d'azote et aussitôt monté sur le porte échantillon et mis sous vide.

b) Préparation "in situ" :

Nous avons tracé au fur et à mesure de la préparation "in situ" le spectre Auger de la cible pour un faisceau primaire de 1,5 keV sans incidence normale, en explorant l'énergie des secondaires entre 0 et 1 keV.

* Le spectre (1) fig. |10| a été tracé après introduction de l'échantillon, obtention d'un vide de 2×10^{-10} Torr et avant tout autre traitement. Nous notons que les contaminants en présence sont essentiellement du carbone, de l'azote, de l'oxygène, du soufre et du phosphore. Les transitions du cuivre sont très peu marquées. Dans ces conditions, aucun diagramme de diffraction n'a pu être observé.

Nous avions primitivement montré avec Roptin |51| qu'un simple traitement thermique de l'échantillon ne permettait pas d'obtenir une surface propre. Nous avons noté l'augmentation importante du pic du soufre et la diminution du pic de carbone avec l'augmentation de la température d'étuvage. Seul un étuvage prolongé à 900°C avait permis l'obtention d'une surface partiellement nettoyée dans la mesure où le déplacement du faisceau primaire révélait que le soufre était regroupé en "îlots" dégageant quelques "plages" de



cuivre propre. Nous avons constaté que des diagrammes de diffraction très contrastés étaient obtenus même quand le spectre Auger révélait la présence d'un pic de soufre important. Les diagrammes de diffraction ne constituent donc pas un critère suffisant pour le contrôle de la propreté de la surface. Comme le préconisent de nombreux auteurs, nous avons alors utilisé pour le nettoyage et alternativement des bombardements ioniques et des recuits. Comme le montre le tableau |C| les conditions expérimentales retenues diffèrent considérablement suivant les auteurs.

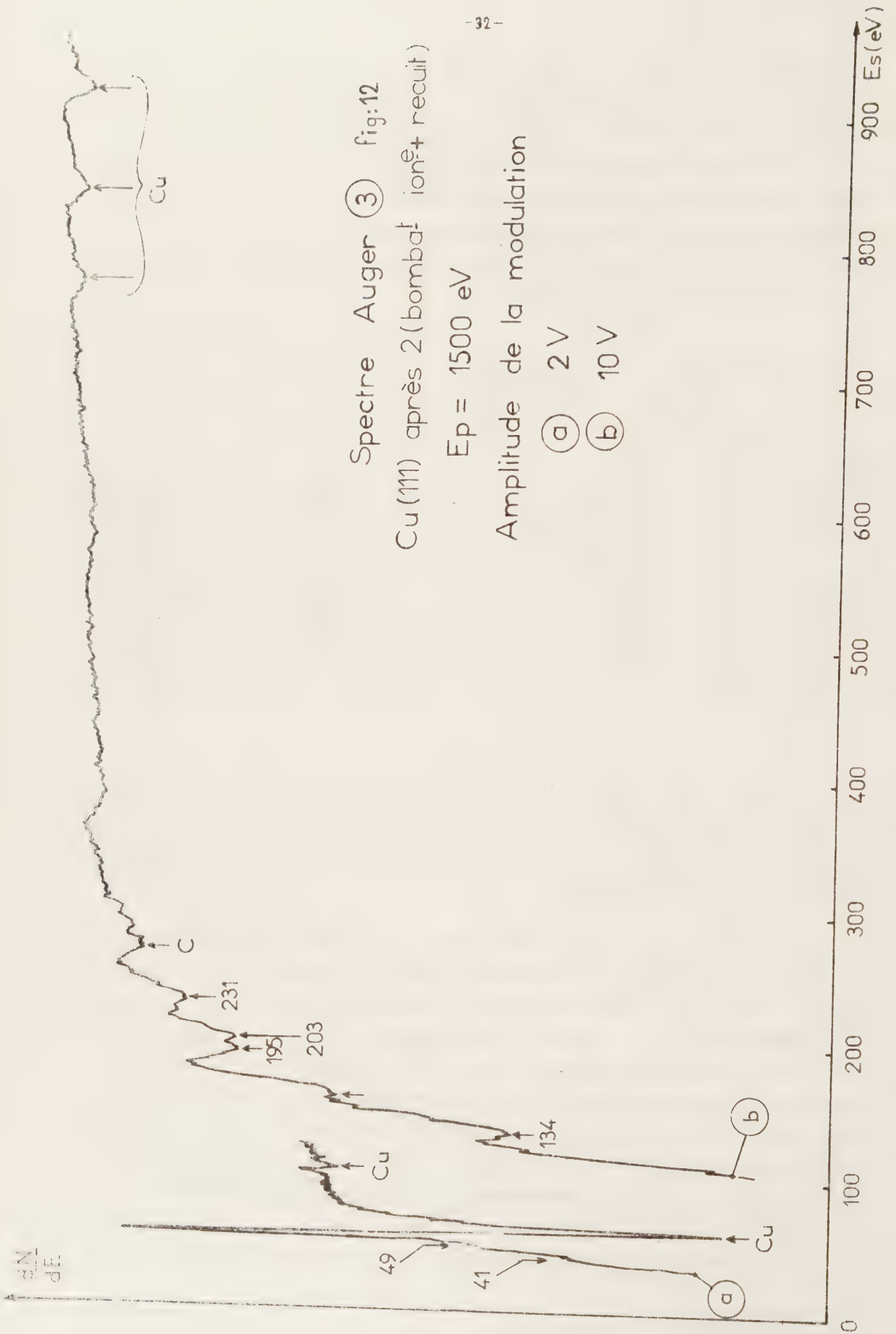
	Nature et énergie des ions	densité uA/cm ²	Durée bombardement	Température et durée du recuit	Cible	Test
Chesters 52	Xe - 400 eV	1	1 h	300°C 30 mn	Cu(100)	Auger
Scheibner 53	Ar - 390 eV	0,2 µ A surface?	45 mn	500°C 5 mn	Cu(100)	D.E.L(1) et p.e.c(2)
Jenkins 17	Ar 100 eV à 300 eV	100	20 mn	300-450°C durée ?	Cu(111)	Auger
Marklund 54	Ar 300 eV	3	30 mn	400°C 30 mn	Cu(111)	D.E.L et p.e.c.

(1) D.E.L.: Diffraction Electrons Lents - (2) p.e.c. : pertes caractéristiques

Tableau |C|

Nous avons choisi de fixer l'énergie des ions d'Argon à 430 eV. L'argon a été introduit dans l'enceinte jusqu'à l'obtention d'une indication de la jauge Bayard Alpert de 5×10^{-5} Torr. La densité du courant ionique sur la cible était alors de 2 µA/cm².

* Le spectre (2), fig. |11|, a été tracé après 1 bombardement ionique d'une durée de 2 heures suivi d'un recuit de 30 mn à 450°C. On note sur ce spectre la très forte diminution des pics de carbone, d'azote et d'oxygène, la nette augmentation de la transition basse énergie du cuivre. Le groupe des 3 transitions LMM du cuivre qui apparaissent habituellement est ici très peu marqué. Deux transitions supplémentaires interviennent à 134 et 171 eV. Lors d'une expérience similaire, Chesters |52| observait des pics à 130, 155, 187 et 200 eV, pics qui, d'après lui, correspondaient à des transitions MNN du molybdène. Ces traces de molybdène pourraient provenir d'après Chesters d'une contamination du canon à ions. Dans notre cas, il pourrait s'agir de traces de tungstène, élément constituant le dispositif de fixation de l'échantillon sur



Spectre Auger (3) fig:12
Cu(111) après 2×10^{14} ion e^+ recuit)

$E_p = 1500$ eV

Amplitude de la modulation

- (a) 2 V
- (b) 10 V

le support. D'autre part, filament et grille du canon à ions sont également en tungstène.

* Le spectre (3), fig. |12| a été tracé après 1 h de bombardement ionique suivi d'un recuit de 30 mn à 400°C. Les pics de carbone, d'azote et d'oxygène ont pratiquement totalement disparu.

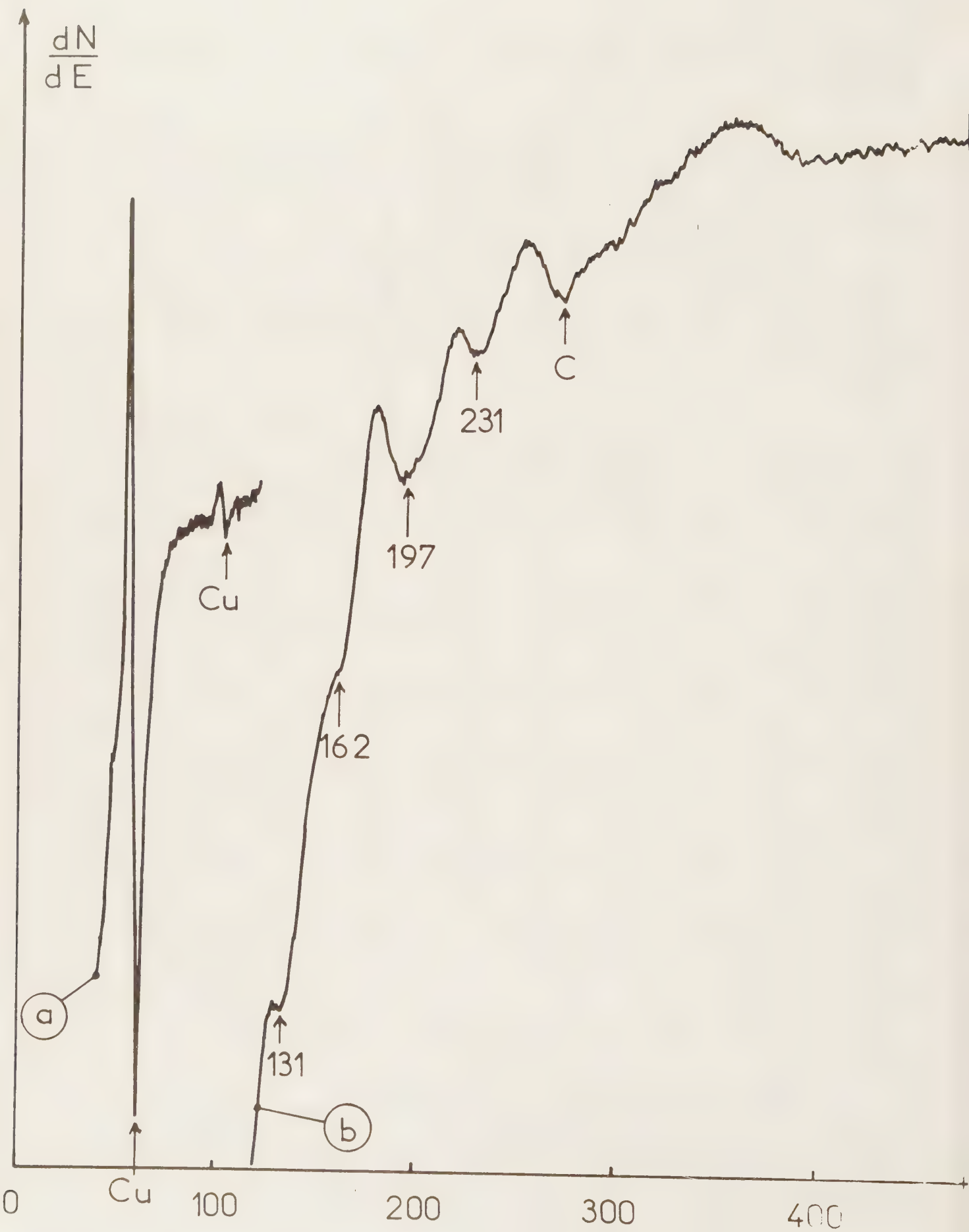
Les 3 transitions LMM du cuivre sont elles aussi renforcées de telle sorte qu'on peut les localiser avec plus de précision. Nous avons reporté dans le tableau |D|, l'identification des transitions observées pour le cuivre, leur valeur calculée et observée par Jenkins |17| et nos observations :

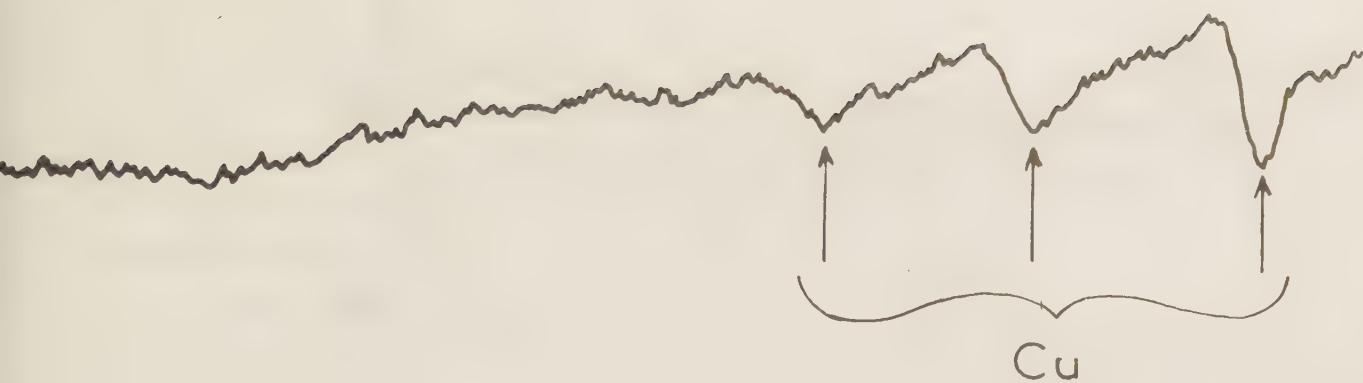
transitions	Valeurs calculées 17 (eV)	Valeurs observées 17 (eV)	nos valeurs (1) (eV)
$M_{2,3}, M_{4,5}, M_{4,5}$	63	61	61
	61	59	
$M_1, M_{4,5}, M_{4,5}$	109	109	106
$L_3, M_{4,5}, M_{4,5}$	920	919	922
$L_3, M_{2,3}, M_{4,5}$	845	843	847
$L_3, M_{2,3}, M_{2,3}$	771	772	775

(1) Energies lues -

Tableau |D| Transitions Auger du cuivre

Nous remarquons que nos valeurs s'accordent bien avec les valeurs de Jenkins. Nous n'avons cependant pas observé le doublet $M_{2,3} M_{4,5} M_{4,5}$ que ce dernier obtient en utilisant, il est vrai, une excitation primaire sous incidence rasante avec un courant environ 100 fois plus élevé.





Spectre Auger ④ fig: 13

Cu (111) autre nettoyage

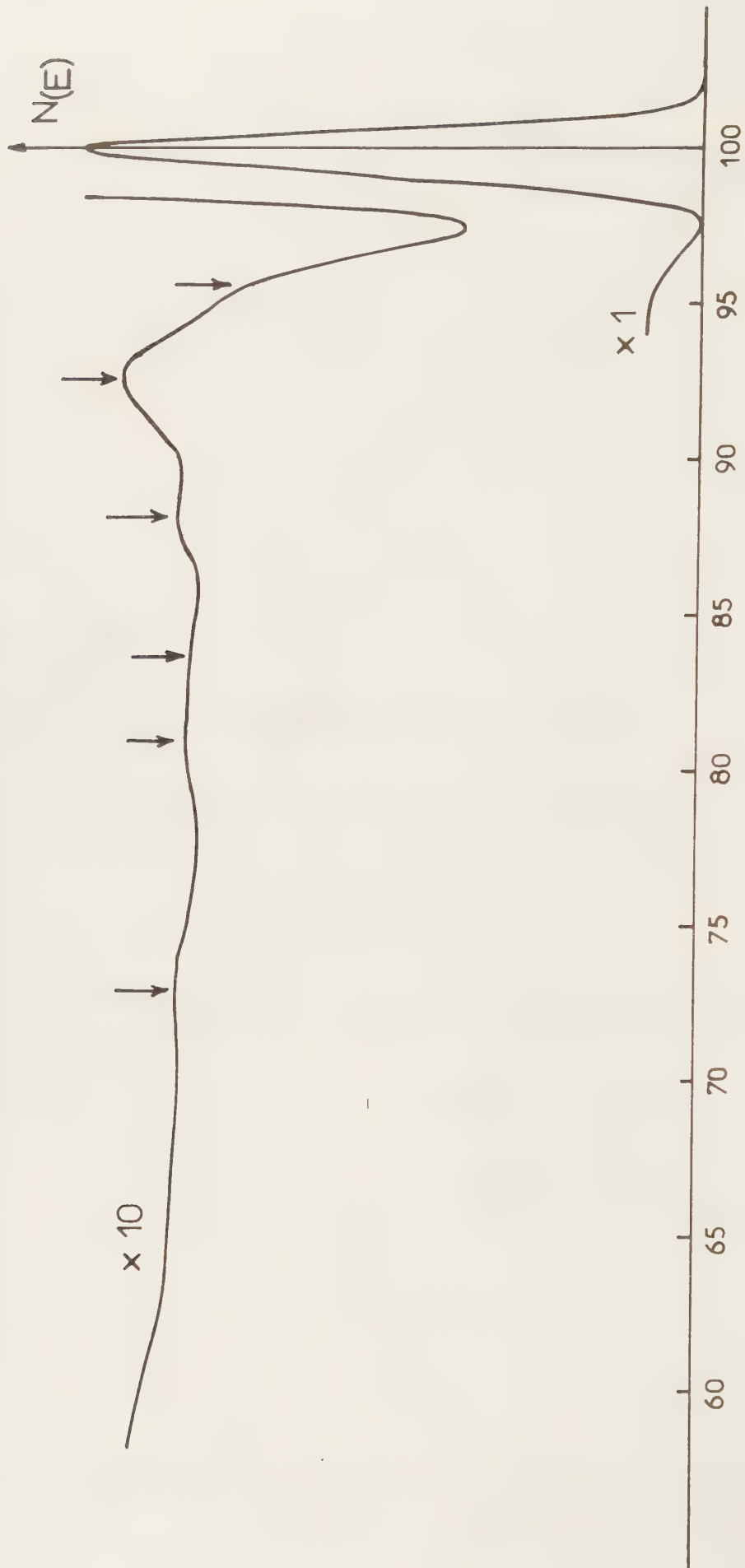
$E_p = 1500 \text{ eV}$

Amplitude de la modulation

① 2V

② 10V





Pertes caractéristiques Cu 111 $E_p=100$ eV fig: 14.

Sur le spectre(4) fig. |13|, nous avons cependant noté que de légères transitions à 49 eV et 41 eV accompagnent ce pic de cuivre. Jenkins observait des transitions identiques qu'ils interprétaient comme des pertes discrètes du pic Auger. Là encore il est possible que ces pics soient révélateurs de la présence de W sur la cible.

L'influence de la contamination de la surface sur le spectre de pertes caractéristiques ayant été souvent signalée, (en particulier par Marklund |54| pour de l'oxygène sur du cuivre), il nous a semblé intéressant de tracer ce spectre comme un autre critère de propreté de notre surface - fig. |14|.

Sa forme et la localisation des transitions s'accordent bien avec les résultats de la littérature comme le montre le tableau |E|.

Marklund 54 E _p 60 à 400 eV	4,3 M	7,6 I	10 F	1,34 F	17 F	19 M	27,2 M
Jenkins 17 E _p 190 eV	4 M	7,4 I		11,8 F	17 M	19 F	26,6 M
Nos résultats E _p = 100 eV	4,5 M	7,5 I		12 M	17 F	19 M	26 M

tableau |E|

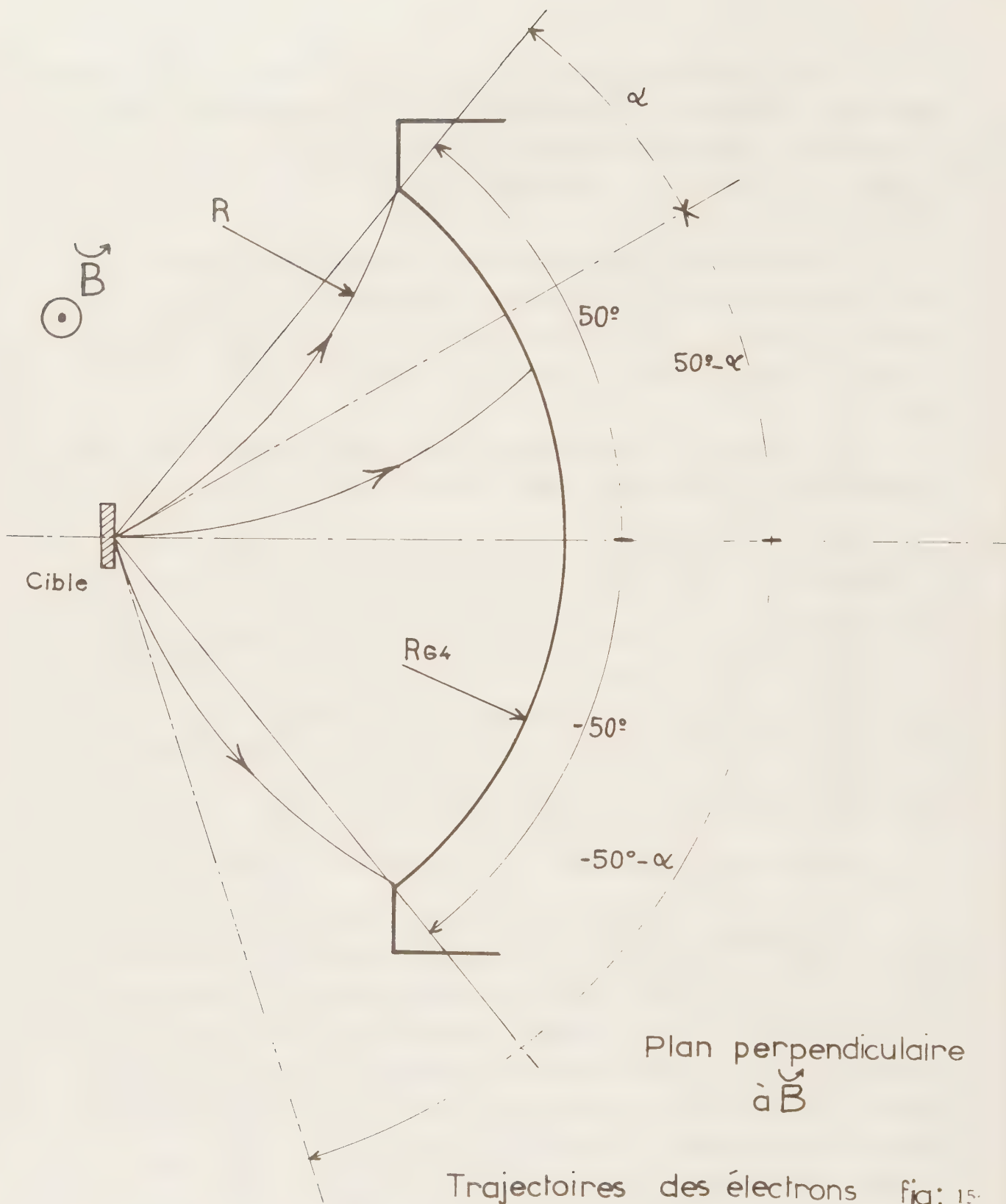
Résultats en(eV)- F : faible M : Moyenne I : Intense

En pratique deux cycles de bombardement ionique et de recuit suffisent pour rendre propre la surface. Il nous est possible alors d'effectuer nos mesures d'émission secondaire. Par la suite, nous avons essayé un autre mode de nettoyage consistant à porter l'échantillon à 800°C pendant 3 heures. Nous avons alors effectué un bombardement ionique d'une heure suivi d'un recuit de 30 mn à 400°C. Le spectre (4) fig. |13| montre que les transitions du cuivre sont légèrement accentuées ainsi que celles du carbone et de l'azote. Nous n'avons dans ces conditions pas noté de différence avec les mesures d'émission secondaire précédemment effectuées.

3.2 - MESURE ET CALCUL DE L'INFLUENCE DU CHAMP MAGNETIQUE RESIDUEL

a) Mesure :

La mesure du champ magnétique résiduel a été effectuée à l'aide d'une sonde à effet Hall. Le bâti a été orienté de façon à annuler la composante du champ suivant l'axe du canon.



Les composantes verticale z et horizontale By ont été obtenues.

$$B_z = 0,30 \text{ G} \quad \text{et} \quad B_y = 0,15 \text{ G} \quad (1\text{G} = 10^{-4} \text{ Tesla})$$

Ces valeurs correspondent en module et inclinaison aux valeurs mesurées à l'extérieur du bâti. Nous avons d'autre part observé que le champ était uniforme au niveau de la mesure.

Ces observations montrent que d'une part le champ magnétique résiduel de la pompe ionique est négligeable près de la cible et que, d'autre part, la présence de l'enveloppe métallique (270 mm de diamètre et 3 mm d'épaisseur) n'entraîne pas d'atténuation du champ magnétique terrestre à l'intérieur de l'enceinte.

b) Influence sur la mesure de la distribution énergétique :

Dans un plan de symétrie (figure |15|) de l'analyseur perpendiculaire au champ magnétique mesuré ($B \sim 0,35 \text{ G}$), les trajectoires des électrons sont circulaires et les déviations sont maximales. Les rayons R des trajectoires sont donnés par :

$$R = \sqrt{\frac{m}{e}} \times \sqrt{2} \times E_S \times \frac{1}{B}$$

soit :

$$R_{\text{cm}} = 6,8 \times \sqrt{2} E_S \quad (1)$$

où E_S exprimée en volt est l'énergie des électrons secondaires.

Pour $E_S < 0,08 \text{ eV}$, ces rayons sont inférieurs à $\frac{R_{G_4}}{2}$ ($R_{G_4} = 5,32 \text{ cm}$, rayon de la grille G_4) et les électrons ne peuvent atteindre la grille.

Pour les électrons d'énergie supérieure, l'application du champ magnétique revient à modifier l'angle de collection qui varie de -50° à 50° en l'absence de champ et de $-50^\circ + \alpha$ à $50^\circ + \alpha$ en présence du champ B avec

$$\sin \alpha = \frac{R_{G_4}}{2R} \quad (2).$$

En admettant une distribution angulaire en cosinus pour les électrons secondaires de faible énergie, on peut calculer (voir annexe) le courant émis dans un angle solide conique de demi-angle d'ouverture β .

Soit :

$$I_S = I_{S \text{ total}} \frac{(1 - \cos 2\beta)}{2}$$

Pour l'optique que nous utilisons, $\beta = 50^\circ$ et on montre ainsi qu'en champ libre, environ 60 % des électrons sont captés.

Dans le cas où un champ magnétique $\vec{B}$ est appliqué, les électrons qui se meuvent dans le plan perpendiculaire sont déviés d'un angle α . Pour avoir un ordre de grandeur de l'influence de ce champ magnétique sur la distribution énergétique, on peut faire l'hypothèse que l'axe correspondant au maximum d'émission secondaire est dévié par rapport à la normale à l'échantillon de cette même quantité α . Le calcul du courant secondaire capté est alors effectué sur le même angle solide que précédemment. Dans ce cas :

$$I'_s = I_s \times \cos \alpha = I_s \sqrt{1 - \left(\frac{R_{G4}}{2R}\right)^2}$$

Des relations (1) et (2) on tire :

$$\cos \alpha = \sqrt{1 - \frac{0,0765}{E_s(V)}}$$

Le tableau ci-dessous donne en fonction de l'énergie secondaire E_s l'incertitude maximale exprimée en % sur la mesure de la distribution énergétique.

$(E_s)_{\text{eV}}$	0,5	2	10
$(1 - \cos \alpha)$ en %	8	2	0,4

En conclusion de ce calcul simple, nous notons que le "cut-off" de la distribution énergétique ne doit pas être déplacé de plus de 100 mV et que les influences sur la distribution énergétique sont sensibles pour $e \times E_s < 2\text{eV}$, c'est-à-dire pour des valeurs inférieures au maximum de la distribution énergétique. Dans ces conditions, la largeur à mi-hauteur et la position du maximum ne devraient pas être influencées respectivement de plus de 0,2 eV et 0,1 eV.

Il faut cependant noter que le champ magnétique est également susceptible en déviant le faisceau primaire de modifier l'angle d'incidence i sur la cible. Les variations de cet angle d'incidence sont ici calculées pour une déviation entre A_4 et l'échantillon pour différentes énergies primaires.

$E_P(\text{eV})$	50	100	500
$\delta i(^{\circ})$	4	2,5	1,5

c) Atténuation du champ magnétique :

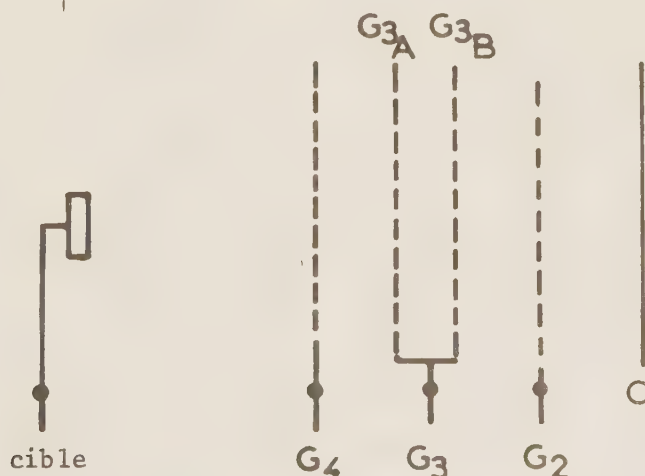
Elle pourrait être obtenue par un simple ou double blindage extérieur en métal. La chambre pourrait également être en matériau de forte perméabilité. Un blindage intérieur peut également être envisagé. Skinner [45] utilise un blindage intérieur et obtient un champ résiduel de 0,01 G.

Seah [36] grâce à un double blindage extérieur obtient un champ résiduel de quelques milligauss. D'après ce qui précède, l'utilisation d'un tel blindage ne nous a pas semblé indispensable pour les mesures que nous effectuons actuellement. Il serait cependant intéressant de réduire le champ magnétique résiduel afin de vérifier que son influence est relativement faible sur nos mesures. Par ailleurs, un champ magnétique plus faible est indispensable pour envisager d'effectuer des mesures de distributions angulaires dans de bonnes conditions.

3.3 - EFFET DES GRILLES

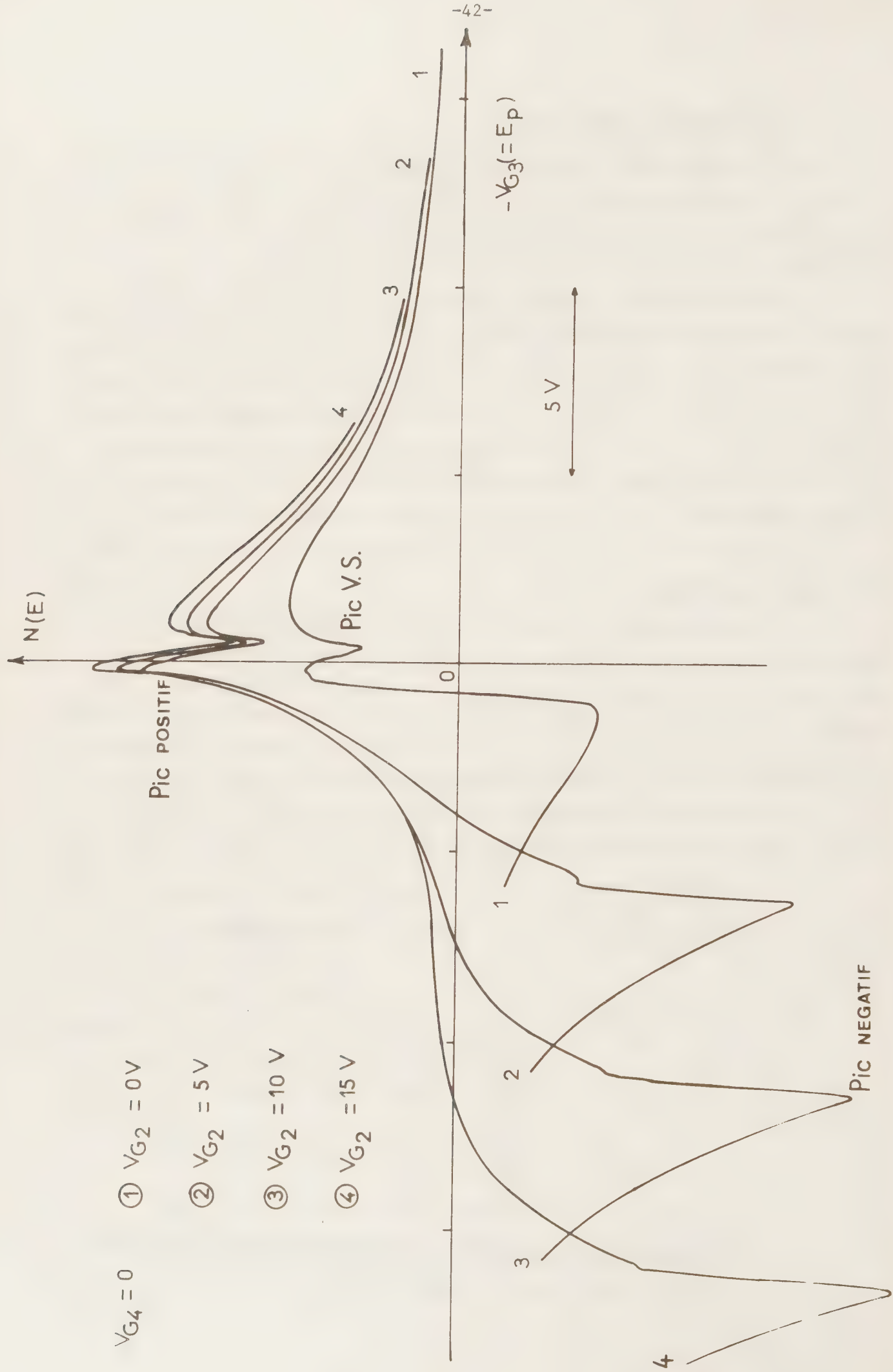
La présence des pics parasites dans le spectre énergétique $N(E)$ avait été primitivement signalée par Morrison et Lander [55]. Plus récemment, Wei et Cho [56] et Cross [37] ont effectué des observations identiques. L'importance de ces phénomènes nous a conduit à mesurer l'influence de ces pics sur la distribution énergétique des vrais secondaires. Les différents spectres tracés ont été obtenus pour notre échantillon de cuivre (111) avant nettoyage, dans un vide de 2×10^{-10} Torr. L'énergie des électrons était de 300 eV. L'amplitude de la modulation était maintenue constante et égale à 30 mV.

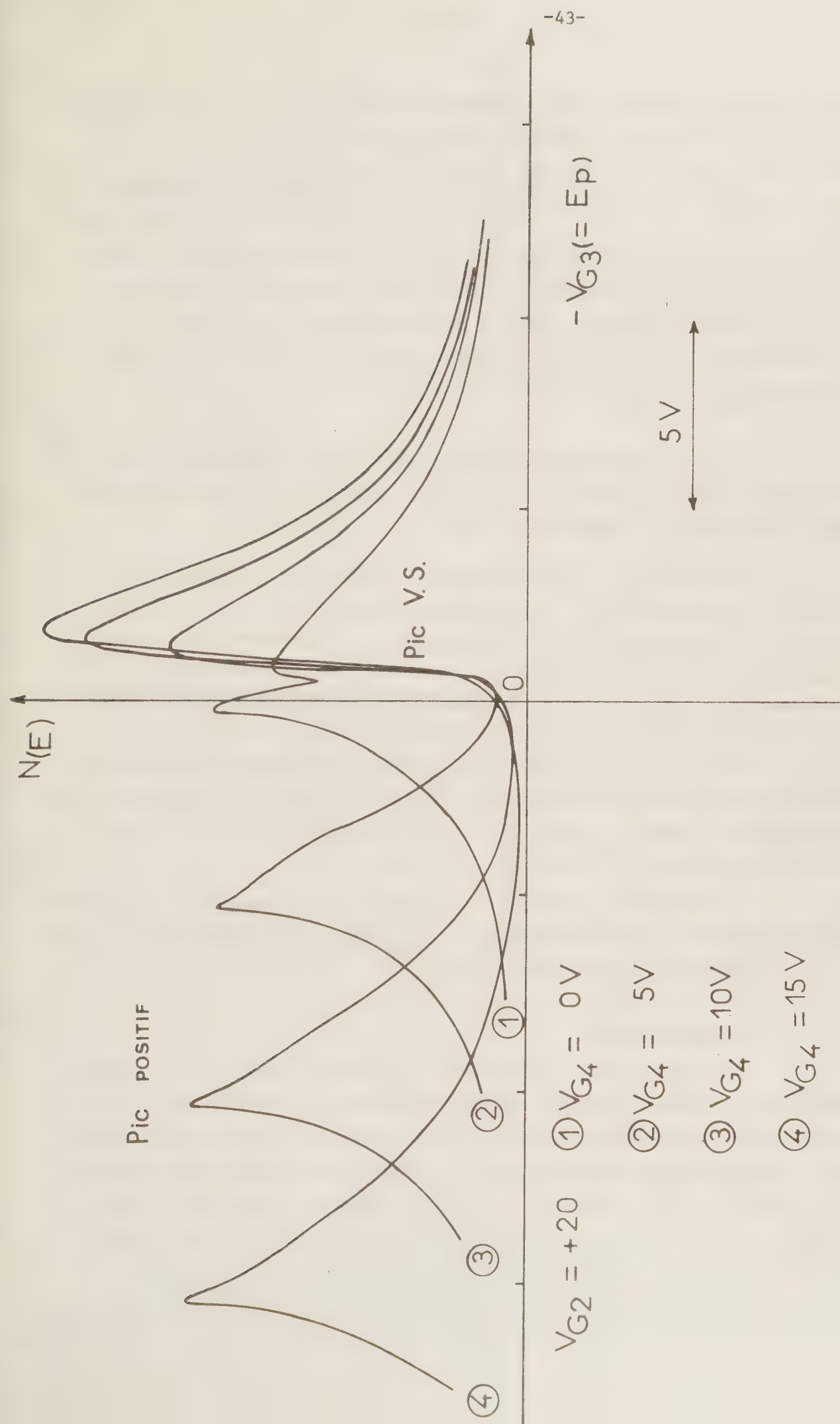
L'emplacement des grilles G_4 , G_3 et G_2 est rappelé sur la figure ci-contre.



a) Déplacement des pics avec les tensions appliquées sur les grilles

* Sur la figure [16], le spectre (1) a été obtenu pour $V_{G_4} = V_{G_2} = 0$.





DEPLACEMENT DU PIC POSITIF

Fig: 17

L'enregistrement du spectre $N(E)$ normalement obtenu pour des valeurs négatives de V_{G_3} ($0 \rightarrow -15$ V) est ici complété par un enregistrement pour des valeurs positives (V_{G_3} de $0 \rightarrow +20$ V). Sur le spectre (1), nous constatons la présence d'un "pic positif" et d'un pic "négatif" avec des extrêmes respectivement situés à $V_{G_3} = +0,3$ V et $V_{G_3} = +1,4$ V. Cette appellation est utilisée pour indiquer que le pic positif a même sens que le pic vrai secondaire et que le pic négatif est de sens contraire. Sur cette même figure, nous remarquons que le pic négatif se déplace quand la tension appliquée à G_2 varie de 0 à +15 V (spectres (2), (3), (4)). On constate que la position de l'extrémum correspond à $V_{G_3}(V) = V_{G_2}(V) + 1,4$ V quand V_{G_2} varie.

La distribution énergétique des électrons secondaires vrais est très modifiée quand V_{G_2} passe de 0 à 5 V. Par contre, position du maximum et largeur à mi-hauteur ne varient plus quand $V_{G_2} = 5, 10$ et 15 V.

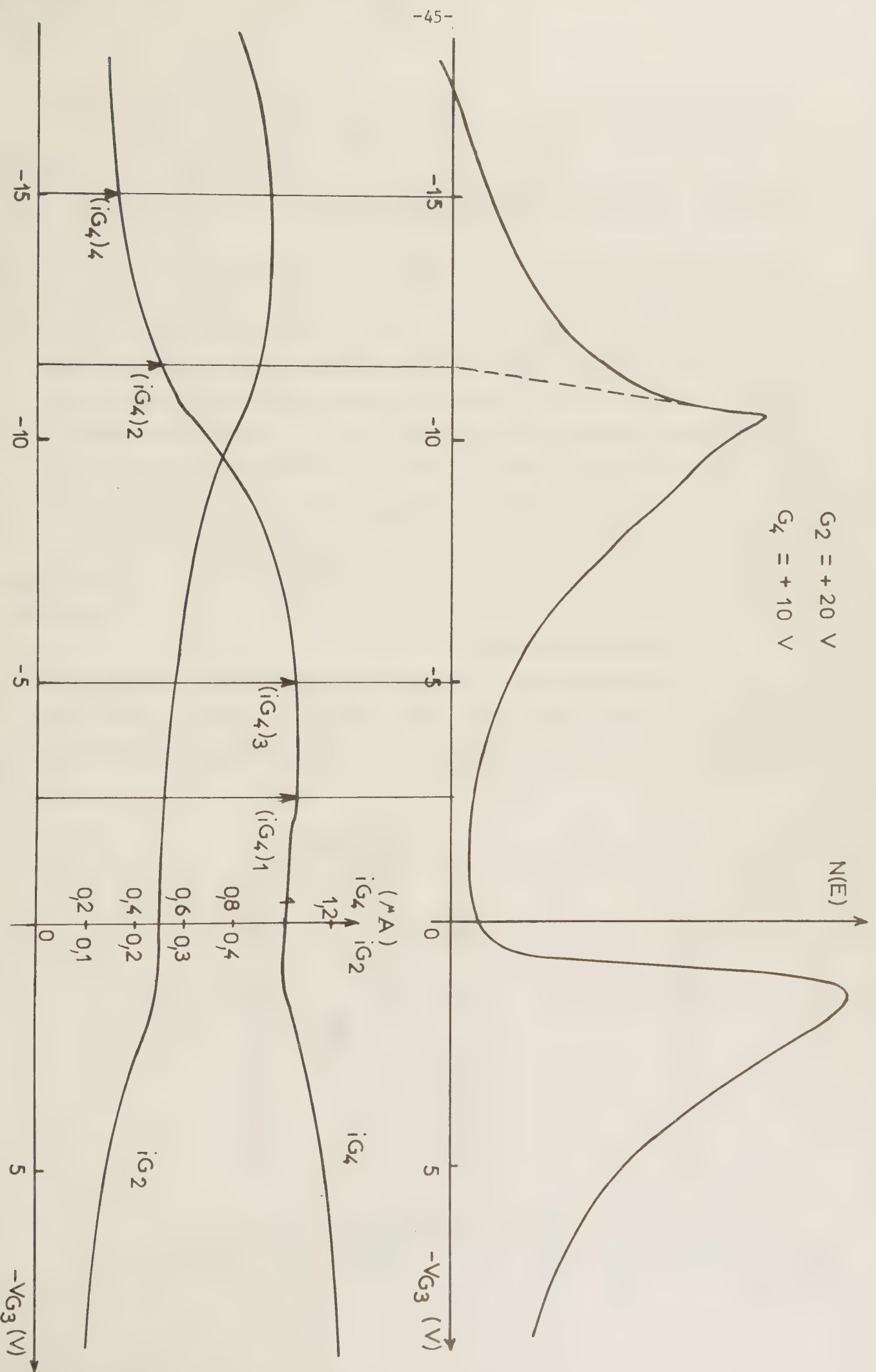
* Sur la fig. |17| nous montrons comment varie la position du pic positif en fonction de V_{G_4} . Les spectres enregistrés ont été obtenus pour $V_{G_2} = +20$ V et pour différentes tensions V_{G_4} . L'extrémum du pic négatif non représenté sur la figure est alors situé à $V_{G_3} = +21,4$ V. Le déplacement du pic positif est analogue au déplacement constaté précédemment pour le pic négatif, c'est-à-dire que son extrémum correspond à $V_{G_3}(V) = V_{G_4}(V) + 0,3$ V quand V_{G_4} varie. On note là encore une déformation importante de la forme de la distribution énergétique des électrons secondaires vrais. Cette déformation est surtout sensible quand V_{G_4} passe de 0 à 5 V (courbes (1) et (2)). Elle est moins sensible entre les courbes (2), (3) et (4).

On remarque cependant que la valeur du maximum de la distribution énergétique augmente progressivement avec V_{G_4} , ce qui doit correspondre en partie à une augmentation du courant collecté.

b) Interprétation

Pour les valeurs positives de V_{G_3} , les pics positifs et négatifs trouvés dans le spectre traduisent respectivement des augmentations ou des diminutions du courant recueilli par le collecteur. Ces variations de courant peuvent intervenir quand des électrons "tertiaires" sont créés par les électrons secondaires sur les grilles et s'ils atteignent le collecteur. C'est l'hypothèse retenue par Cross qui, utilisant une optique 3 grilles (G_4 et G_3 dédoublée sans G_2) observe la seule présence du pic positif. Nos observations faites avec une optique 4 grilles, confirment celles de Wei et Cho quant à la présence et aux déplacements des 2 pics positif et négatif. Selon ces auteurs,

$G_2 = +20 \text{ V}$
 $G_4 = +10 \text{ V}$



la variation de la pénétration du champ à travers les grilles expliquerait les variations du nombre des électrons inélastiques atteignant l'écran. Il y aurait donc variation de la transparence des grilles. Nous sommes donc en présence de 2 explications de type différent que nous avons cherché à développer.

Sur la fig. |17| nous avons reproduit le spectre (3) de la fig. |16| ainsi que les variations correspondantes des courants grilles i_{G_4} et i_{G_2} en fonction de V_{G_3} . Pour les valeurs positives de V_{G_3} , on note la bonne correspondance entre la diminution du courant i_{G_4} et la position du pic positif. Le courant collecté par G_4 diminuant, un plus grand nombre d'électrons traversent cette grille et sont susceptibles d'atteindre G_2 et le collecteur, entraînant une augmentation des courants i_{G_2} et I_c . L'expérience confirme qu'il en est bien ainsi. De même, la mesure des variations de i_{G_4} avec V_{G_3} nous a permis de calculer la dérivée di_{G_4}/dV_{G_3} et de contrôler qu'il y a bien accord, au signe près, avec la dérivée par rapport à ce même V_{G_3} du courant collecteur, c'est-à-dire avec le pic positif mesuré. Il nous reste maintenant à expliquer les variations de ce courant grille i_{G_4} .

* Emission "tertiaire"

Cette hypothèse initialement rejetée par Wei et Cho en raison de l'importance relativement grande du pic positif par rapport à celui des vrais secondaires a été développée par Cross. Cross compare les intensités $N_1(E)$ du pic principal et $N_2(E)$ du pic positif parasite.

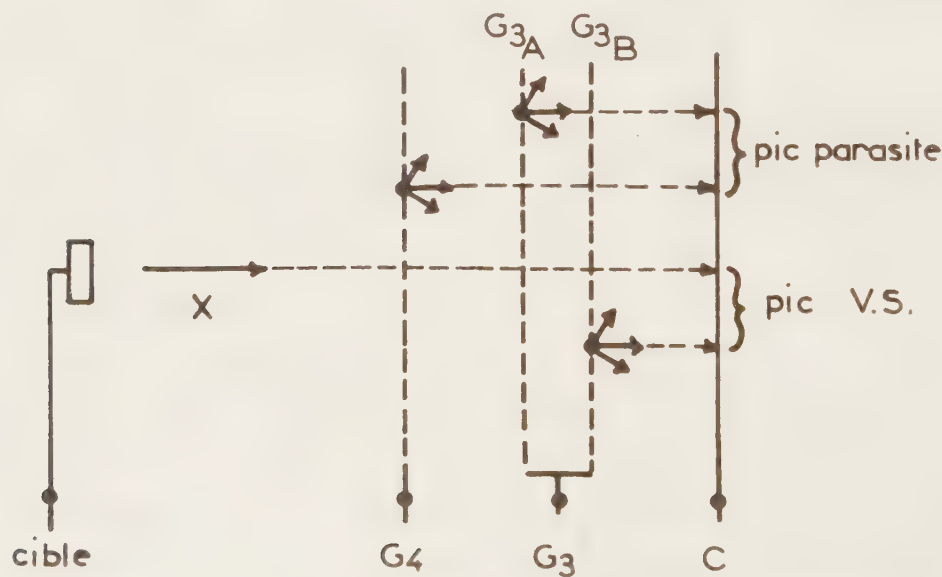
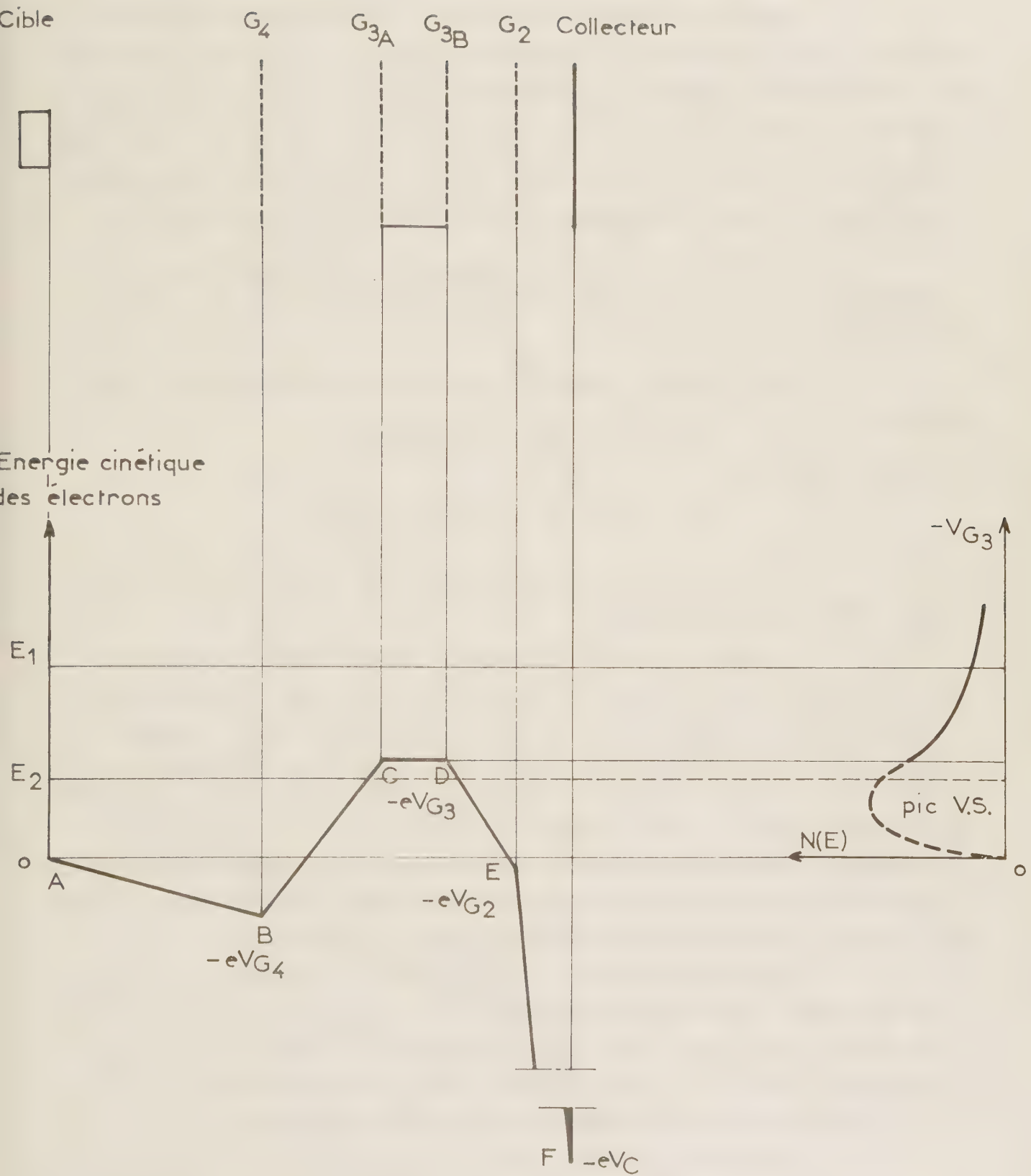


Schéma du dispositif de Cross



Mécanisme de filtrage des vrais secondaires fig: 19

Soit X électrons émis par la cible, α la transparence d'une grille et δ le rendement secondaire de cette grille.

Selon cet auteur, une fraction α^3 des X électrons secondaires émis par la cible atteignent le collecteur et les $(1-\alpha)$ X électrons secondaires qui viennent frapper la grille G_4 engendrent $(1-\alpha)$ δX électrons tertiaires qui, après avoir franchi les grilles G_{3A} et G_{3B} atteignent le collecteur et apportent une contribution $(1-\alpha)\delta X$ au pic positif parasite. Les $\alpha \times (1-\alpha)$ X électrons secondaires frappant G_{3A} créent de façon similaire $\alpha \times (1-\alpha)$ δX qui, après avoir franchi G_{3B} , apportent une contribution $\alpha \times (1-\alpha)$ δX au pic positif parasite.

Les $\alpha^2(1-\alpha)$ X électrons secondaires frappant G_{3B} créent $\alpha^2(1-\alpha)$ δX électrons tertiaires qui apportent une contribution $\alpha^2(1-\alpha)$ δX au pic d'électrons secondaires vrais.

Ainsi, dans le schéma de Cross, le pic principal serait constitué de :

$$N_1 = \alpha^3 X + \alpha^2(1-\alpha) \delta X \text{ électrons}$$

et le pic parasite de :

$$N_2 = (1-\alpha) \delta X + \alpha(1-\alpha) \delta X \text{ électrons}$$

Avec $\delta = 0,3$ et $\alpha = 0,7$, le rapport $\frac{N_1}{N_2}$ est de l'ordre de 3 en accord relatif avec l'expérience.

En fait, on pourrait relever un certain nombre d'incohérences dans le schéma décrit ci-dessus. C'est ainsi par exemple que les électrons tertiaires émis par G_4 traverseraient en totalité les grilles G_{3A} et G_{3B} sans tenir compte de la transparence de celles-ci. D'autre part, comme nous le verrons par la suite, il semble impossible que les tertiaires de G_{3A} contribuent à la formation du pic positif parasite. En effet, si l'on peut admettre qu'il y a un effet d'émission tertiaire sur les grilles, on doit noter que ces électrons tertiaires ne seront filtrés en énergie que dans la mesure où une barrière de potentiel s'intercale sur leur parcours vers le collecteur.

Les figures |19, 20, 21| présentent les mécanismes de création et de déplacement des différents pics en particulier des parasites dans le cas d'une optique à 4 grilles. Il est facile d'adapter ces schémas à une optique à 3 grilles comme celle de Cross. Il suffit pour cela de supprimer la grille G_2 et de remplacer la ligne brisée DEF par une ligne droite DF.

La figure |19| montre comment, en l'absence d'effet perturbateur des grilles, la variation de V_{G_3} , donc de la hauteur de la barrière de potentiel $-e.V_{G_3}$, permet de tracer la distribution énergétique des électrons secondaires vrais.

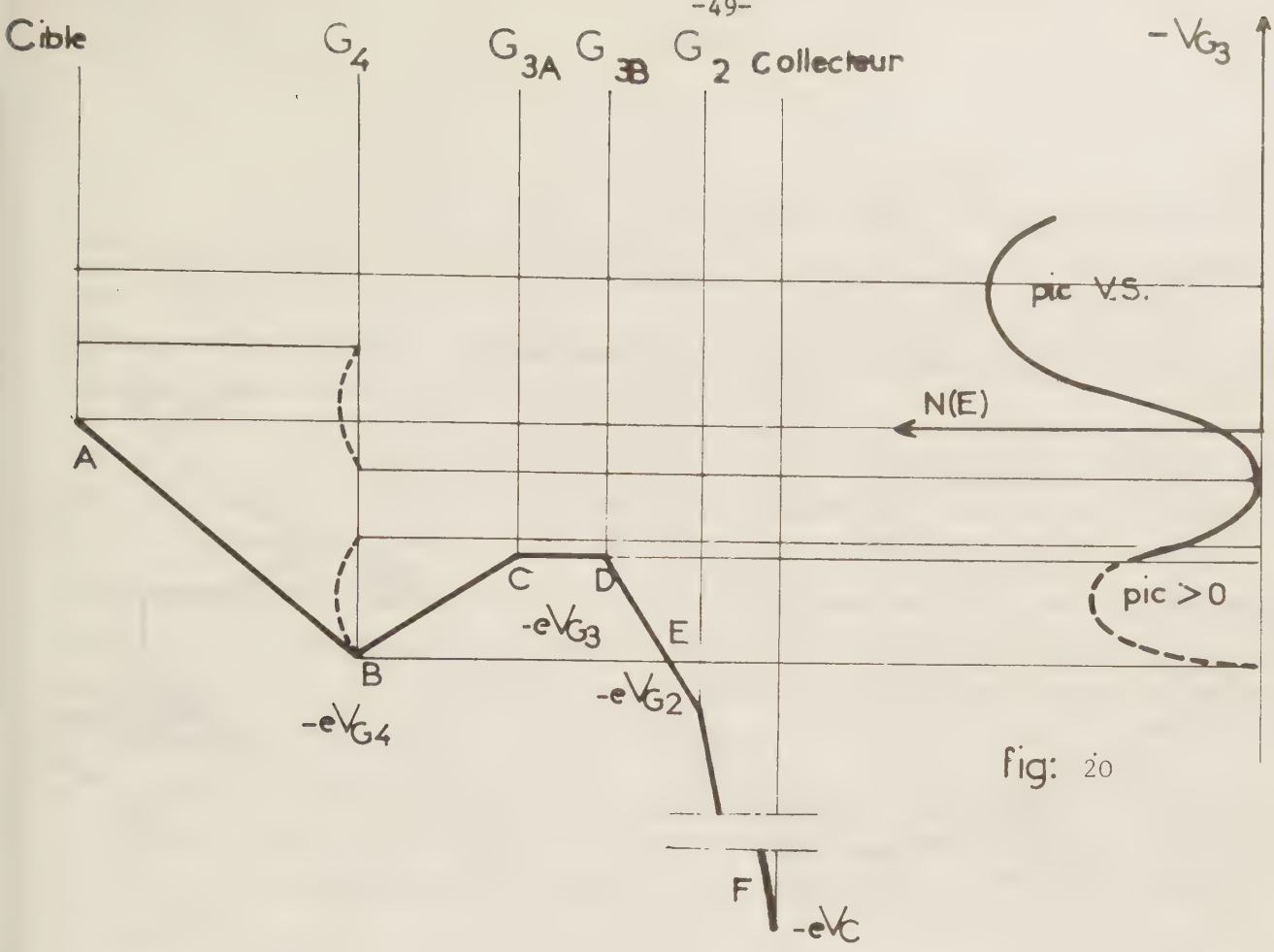


fig: 20

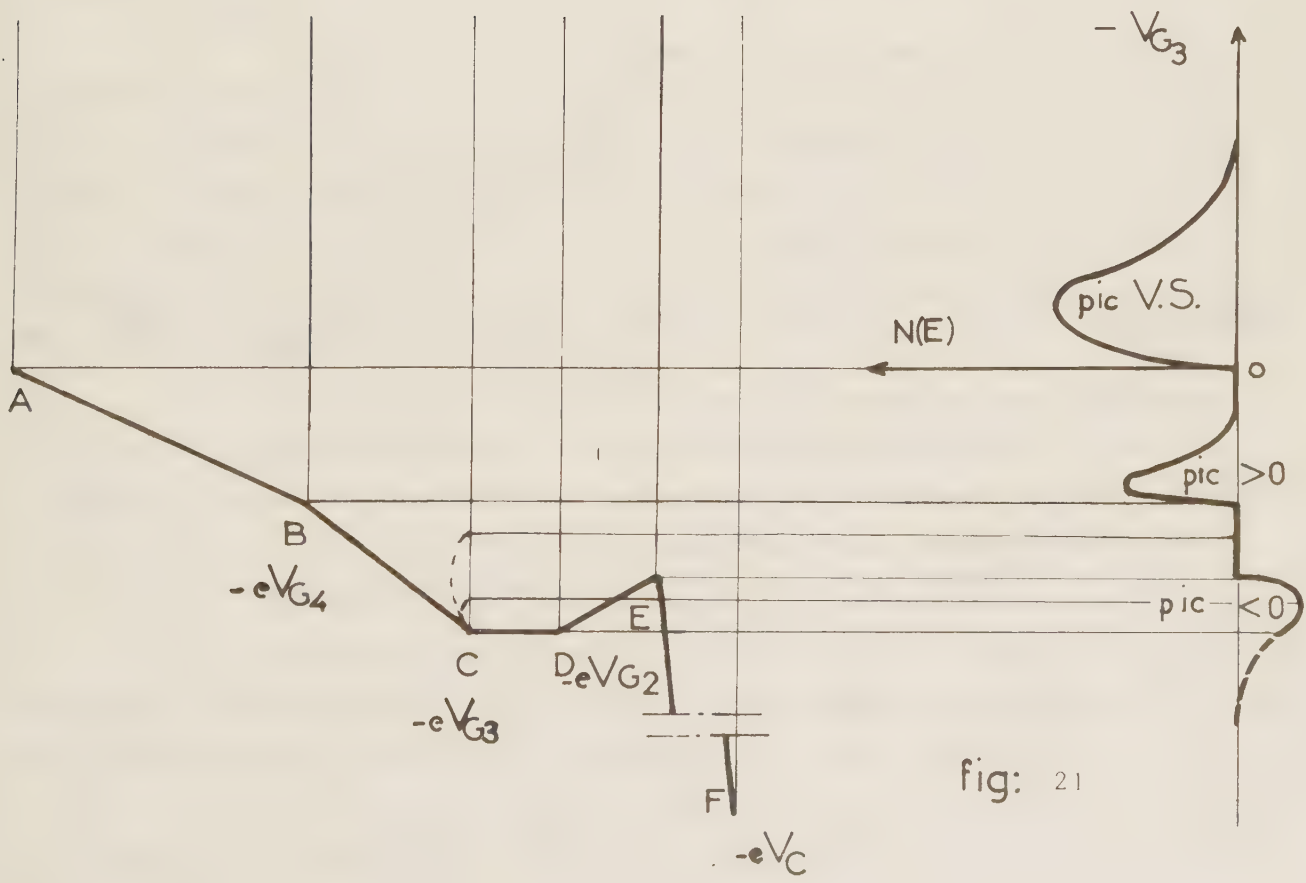
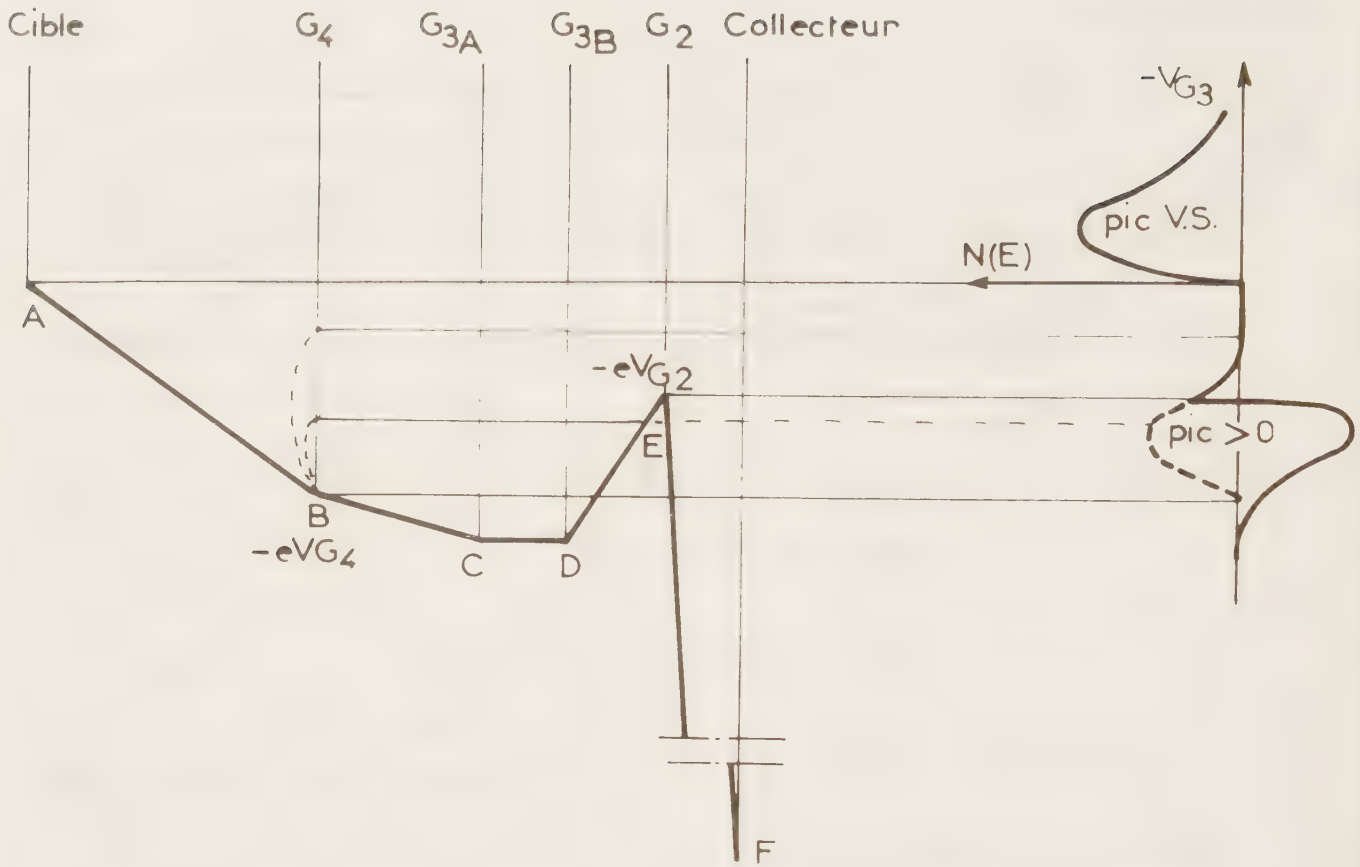


fig: 21

Mécanisme de filtrage pour le pic positif fig: 20
le pic négatif fig: 21



Absence du pic positif pour $V_{G2} > V_{G4}$ fig: 20

La figure |20| représente un mécanisme d'émission tertiaire sur la grille G_4 et le filtrage subséquent par G_3 . On obtient comme indiqué sur la droite de la figure à la fois le pic vrai et un pic parasite dont l'origine est fixée par la tension V_{G_4} . Une variation de celle-ci conduit à un déplacement d'une quantité égale du pic parasite.

La figure |21| représente le mécanisme d'émission tertiaire sur les grilles G_3 et G'_3 et le filtrage subséquent par G_2 . Tant que la barrière $-e.V_{G_3}$ est au-dessus de la barrière $-e.V_{G_2}$ les électrons tertiaires émis par G_3 atteignent tous le collecteur. Quand V_{G_3} varie, $-e.V_{G_3}$ passe en dessous de $-e.V_{G_2}$ le filtrage de ces électrons tertiaires commence ; il en résulte une diminution du courant collecteur, d'où l'existence d'un pic négatif dont l'origine est en $-e.V_{G_2}$.

Les électrons tertiaires qui prennent naissance sur la grille G_2 atteignent toujours le collecteur dans les conditions expérimentales habituelles ($V_c > V_{G_2}$) et superposent une composante continue quasi constante au courant collecteur.

La figure |22| montre comment se combinent ces pics positif et négatif dans le cas où $-e.V_{G_2}$ est supérieur $-e.V_{G_4}$. Le filtrage des électrons tertiaires émis par G_3 se produit comme auparavant. En outre, les électrons tertiaires émis par G_4 et d'énergie inférieure à $-e(V_{G_2} - V_{G_4})$ ne peuvent pas atteindre le collecteur, la partie correspondante de leur distribution énergétique obtenue en faisant varier V_{G_3} n'apparaît plus. Ceci est en accord avec l'expérience relatée fig. |23|.

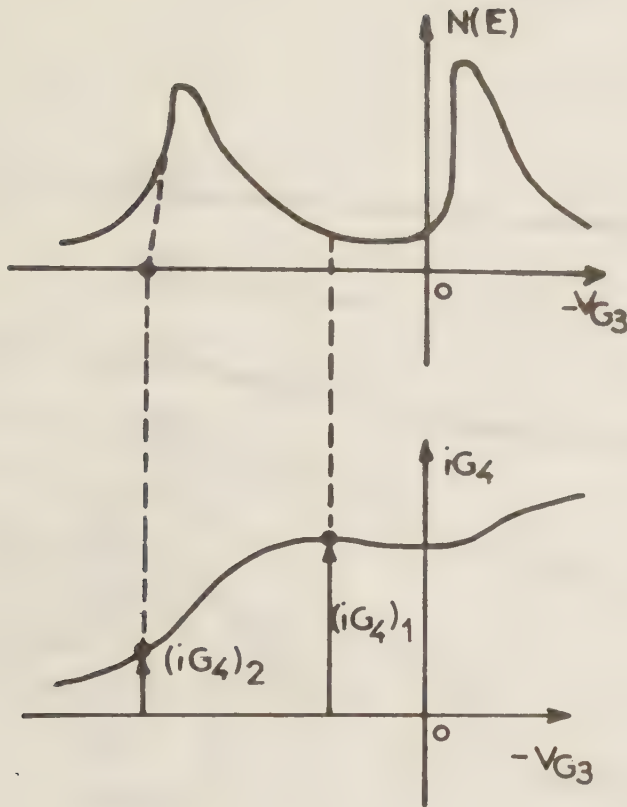
En fait, tout notre raisonnement a été effectué en supposant qu'il y avait seulement émission tertiaire sur les grilles. Or, il peut s'appliquer à tous les mécanismes physiques qui se produisent sur les grilles et qui conduisent les électrons secondaires à perdre de l'impulsion radiale, par réflexion élastique par exemple.

L'importance quantitative de ces effets est difficile à évaluer. Par contre, on peut estimer même très approximativement, l'importance de l'émission tertiaire sur les grilles et en déduire celle des pics parasites.

Pour justifier quantitativement l'importance des pics parasites, nous avons choisi d'évaluer les courants i_{G_4} mesurés de part et d'autre du pic positif.



ATTENUATION DU PIC POSITIF POUR $V_{G_4} > V_{G_2}$



Soit I_S le courant secondaire de la cible et α la transparence de cette grille, $(i_{G_4})_1$ et $(i_{G_4})_2$ les courants sur la grille G_4 de part et d'autre du pic positif. Le courant secondaire $(1-\alpha)I_S$ arrive sur la grille G_4 . Pour $V_{G_3} - V_{G_4} \sim -8 \text{ V}$, seuls les électrons tertiaires it_4 rétrodiffusés peuvent quitter la grille. On obtient:

$$(i_{G_4})_1 = (1-\alpha) I_S - it_4 \text{ (rétrodiffusé)}$$

Pour $V_{G_3} - V_{G_4}$ légèrement positif, supposons que tous les électrons tertiaires it_4 soient attirés par G_3 vers le collecteur.

$$(i_{G_4})_2 = (1-\alpha) I_S - it_4$$

Dans les expériences que nous considérons ici, nous avons utilisé une cible de cuivre et une énergie primaire de 300 eV. Les rendements secondaires du cuivre sont alors selon Bronshtein [5] $\sigma = 1,2$ et $\eta = 0,3$. Le courant secondaire I_S est donc constitué pour $\frac{1}{4}$ par des électrons rétrodiffusés ($50 \text{ eV} < E_S < 300 \text{ eV}$) et pour $\frac{3}{4}$ de vrais secondaires ($E_S < 50 \text{ eV}$). Dans le cas où $V_{G_4} = 10 \text{ V}$, ces électrons sont légèrement accélérés vers la grille G_4 et atteignent cette grille avec des énergies moyennes de $\sim 200 \text{ eV}$ et $\sim 20 \text{ eV}$ respectivement pour les rétrodiffusés et les vrais secondaires.

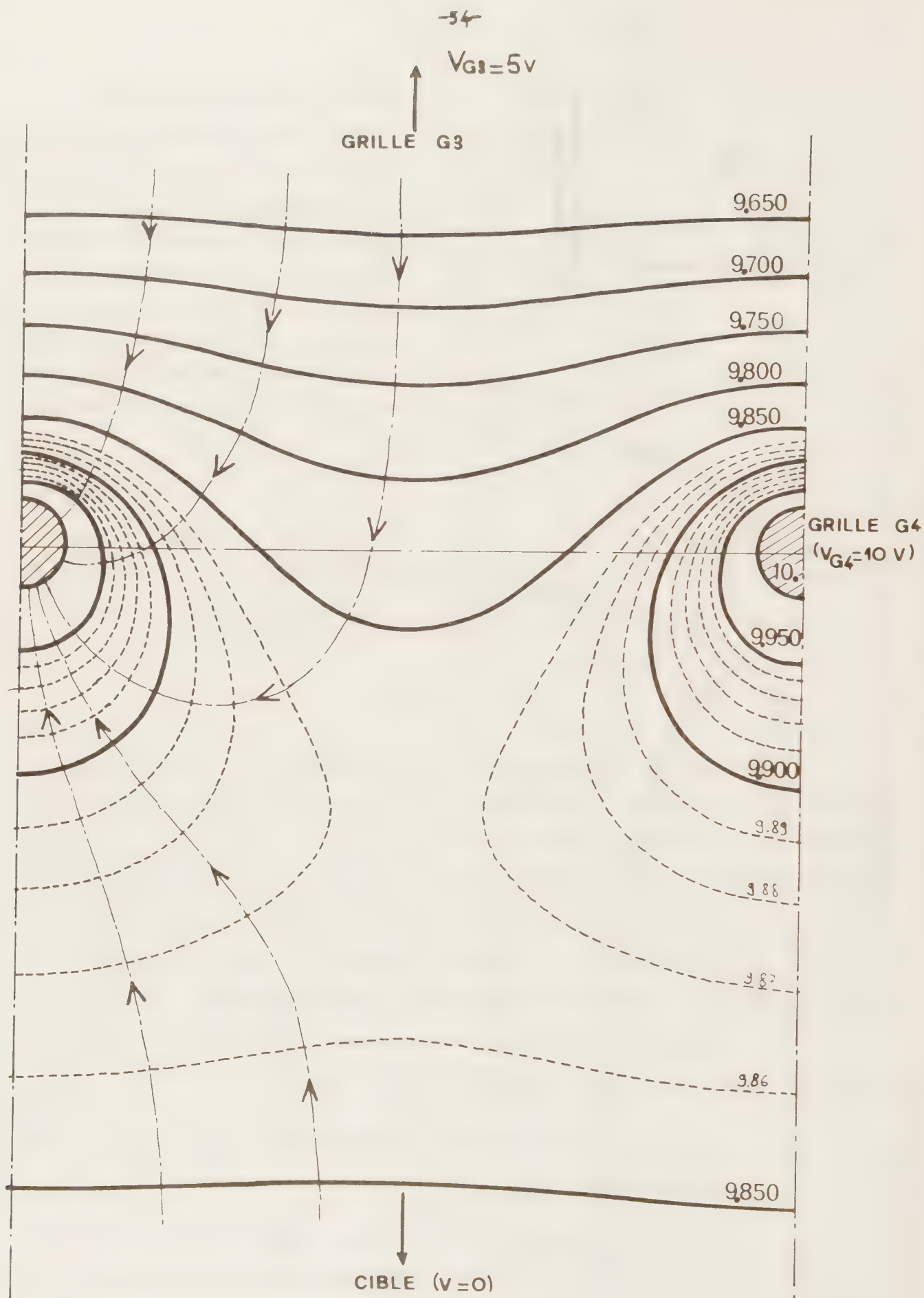
La grille G_4 est en acier. Bronshtein [5] donne pour le fer $\eta(E_S = 20 \text{ eV}) \sim 0,3$ et $\sigma(E_S = 200 \text{ eV}) = 1,2$.

Sternglass [57] donne pour ce même élément $\eta(E_S = 200 \text{ eV}) = 0,3$. On peut alors calculer le courant tertiaire total :

$$it_4 = \frac{3}{4} |(1-\alpha)I_S| \times 0,3 + \frac{1}{4} |(1-\alpha)I_S| \times 1,2$$

- le courant tertiaire rétrodiffusé :

$$it_4 \text{ (rétrodiffusé)} = \frac{1}{4} (1-\alpha) I_S \times 0,3$$

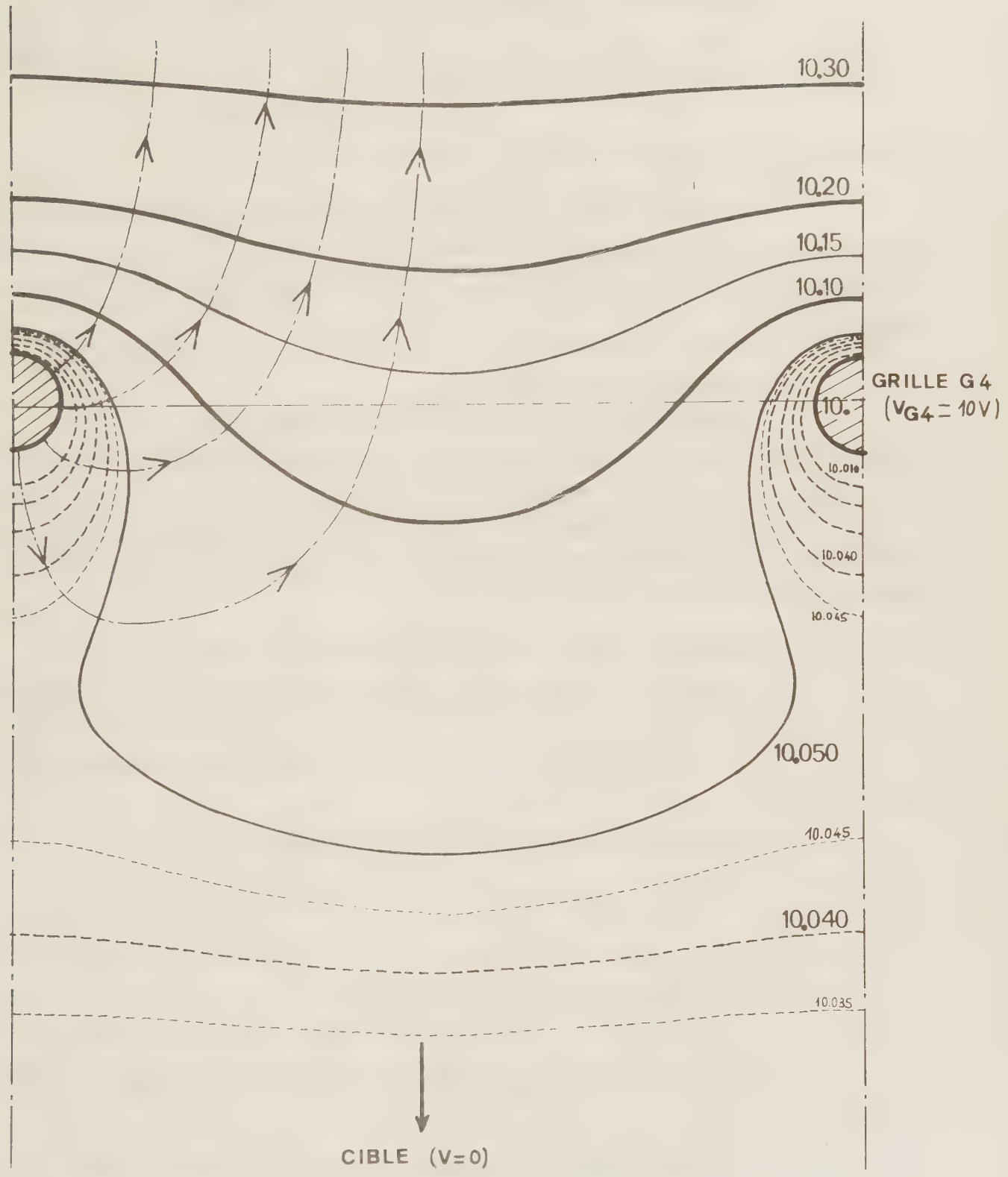


EQUIPOTENTIELLES AU NIVEAU DE G_4

Fig: 24

-55-
 $V_{G3} = 15V$

GRILLE G3



EQUIPOTENTIELLES AU NIVEAU DE G_4

Fig: 25

On peut alors calculer $(i_{G_4})_1$ et $(i_{G_4})_2$ soit :

$$i_{G_4}(1) = (1-\alpha) I_S \times |0,93| \quad \frac{(i_{G_4})_1}{(i_{G_4})_2} \sim 1,8$$

$$i_{G_4}(2) = (1-\alpha) I_S \times |0,52|$$

Expérimentalement, en schématisant la distribution des tertiaires de G_4 sur la figure |18|, on mesure $(i_{G_4})_1 = 1,06 \mu A$ et $(i_{G_4})_2 = 0,5 \mu A$. Le rapport de ces 2 valeurs est bien de l'ordre de grandeur du rapport précédemment calculé.

* Variation de transparence :

D'après Wei et Cho les variations de courant i_{G_4} pourraient provenir d'une variation de la transparence de G_4 quand le champ derrière cette grille passe d'un état accélérateur à retardateur. Pour $V_{G_4} = +10 V$, prenons des variations de potentiels égales en module et opposées en signe et supposons des variations de la transparence α de G_4 la grille G_4 de même importance relative dans chaque cas, soit :

$$\text{Pour } V_{G_3} = +5 V ; \text{ transparence } \alpha_1 = \alpha - x ; (i_{G_4})_3 = I_S(1-\alpha+x)$$

$$\text{Pour } V_{G_3} = +15 V ; \text{ transparence } \alpha_2 = \alpha + x ; (i_{G_4})_4 = I_S(1-\alpha-x)$$

Les courants grilles $(i_{G_4})_3$ et $(i_{G_4})_4$ sont calculés dans ce cas en négligeant l'émission tertiaire.

Expérimentalement, (fig. |18|), on mesure :

$$i_{G_4}(3) = 1,05 \mu A \text{ et } i_{G_4}(4) = 0,35 \mu A$$

$$\frac{i_{G_4}(3)}{i_{G_4}(4)} \sim 3 \text{ et } \frac{i_{G_4}(3)}{i_{G_4}(4)} = \frac{1-\alpha+x}{1-\alpha-x}$$

Ces deux relations permettent de calculer x en prenant $\alpha = 0,75$. On obtient $x \sim 0,12$.

Il faudrait donc que la transparence de la grille G_4 passe de 63 % à 87 % pour expliquer les variations du courant grille i_{G_4} mesurées. Nous avons tracé les équipotentielles autour d'une maille de la grille G_4 pour les deux valeurs de la tension appliquée à G_3 , $V_{G_3} = +5 V$ (fig. |24|) et $V_{G_3} = +15 V$ (fig. |25|). L'explication du tracé de ces équipotentielles est donnée en annexe.

Sur ces figures, la pénétration du champ apparaît de manière évidente et il ne semble pas impossible que les trajectoires des électrons secondaires soient suffisamment déviées pour provoquer des variations importantes de la transparence de cette grille.

Cependant, on ne pourrait expliquer par ce mécanisme l'expérience rapportée sur la fig. |23|. Or, l'émission tertiaire de G_4 par le mécanisme décrit fig. |22| expliquait bien cette expérience.

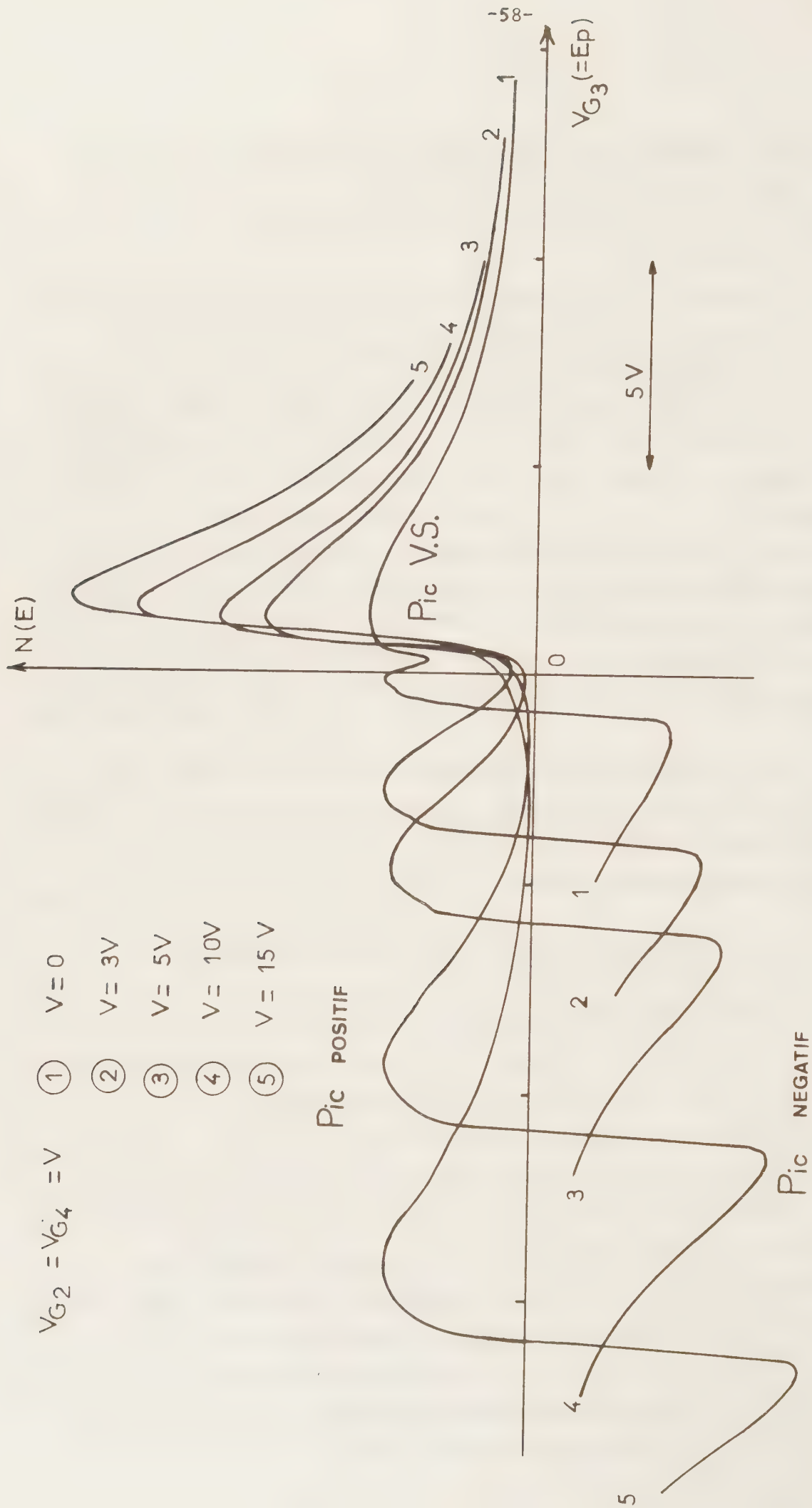
Nous pouvons donc conclure que c'est essentiellement l'émission tertiaire des grilles G_4 et G_3 qui est à l'origine des pics respectivement positif et négatif. Quelques observations complémentaires viennent confirmer cette hypothèse :

- Les équipotentielles tracées sur les figures (|24| et |25|) montrent que des électrons de faible énergie quittant la grille G_4 peuvent être soit bloqués sur cette grille si $V_{G_3} = +5V$ et $V_{G_4} = +10V$, soit, en grande majorité, attirés derrière cette grille à cause de la pénétration du champ. Cette remarque justifie l'hypothèse simple prise pour le calcul de $(i_{G_4})_1$ et $(i_{G_4})_2$.

- Lors des enregistrements des distributions énergétiques pour E_p entre 50 eV et 1500 eV, nous avons constaté que l'importance des pics parasites était maximale pour $E_p = 300$ eV à 400 eV. Or, d'après Bronshtein|51|, le rendement du fer est maximum pour ces valeurs de l'énergie.

c) Choix du potentiel à appliquer sur les grilles G_4 et G_2 :

Nous avons constaté lorsque V_{G_4} (ou V_{G_2}) est égal à zéro, que la proximité du pic positif (ou négatif) et du pic secondaire avait une influence importante sur la position du maximum et la largeur à mi-hauteur de la distribution énergétique des secondaires vrais. Afin de séparer simultanément, lors de l'enregistrement, les deux pics parasites du pic principal, nous avons choisi d'appliquer une tension positive $V_{G_2G_4}$ suffisamment importante aux grilles G_2 et G_4 . Lorsque V_{G_3} est négatif et que son module diminue, c'est-à-dire lors de l'analyse du pic secondaire, il s'agit d'éviter principalement que les émissions tertiaires de G_4 et de G_3 ne viennent perturber l'enregistrement du pic secondaire. La tension $V_{G_2G_4}$ doit, par conséquent, être fixée de telle sorte qu'elle limite les variations du courant collecteur aux seules variations du courant secondaire émis par la cible et filtré par les grilles. Cette tension devra cependant être choisie suffisamment petite pour ne pas modifier trop sensiblement les trajectoires des électrons secondaires émis par la cible.



INFLUENCE DU POTENTIEL DE G_2 G_4 Fig: 26

Par ailleurs, le courant capté par la grille G_4 augmente très rapidement avec la tension V_{G_4} ; ainsi, quand celle-ci passe de 0 à 20 V, le courant capté est multiplié par 2. Cette augmentation résulte d'un accroissement de l'angle réel de collection des électrons émis par la cible, qui, soumis à l'attraction de G_4 voient leur trajectoire déformée. Un plus grand nombre d'électrons sont alors attirés vers le système de détection, ce qui n'est pas un inconvénient majeur, mais simultanément un plus grand nombre d'entre eux sont arrêtés par G_4 , particulièrement ceux de faible énergie avec dès lors un risque plus grand de perturbation des mesures. On constate, en effet, sur la fig. |26| que le maximum du pic secondaire se déplace vers les fortes énergies quand V_{G_4} augmente. Ce déplacement doit provenir en partie de l'attraction préférentielle des électrons de faible énergie vers G_4 où ils sont arrêtés car ce déplacement ne devrait pas être aussi net si l'on ne considérait qu'un simple effet additif du pic positif et du pic vrai secondaire. Pour cette raison, il est donc important de limiter en module la tension $V_{G_2G_4}$.

Afin de choisir convenablement cette valeur nous avons tracé plusieurs spectres énergétiques pour $V_{G_2G_4} = 0 ; 5 ; 10$ et 15 V (fig. |26|) et nous avons reporté dans le tableau |F| l'évolution correspondante de la position du maximum $E_{\max}$ et de la largeur à mi-hauteur $E_{1/2}$ du pic secondaire. Nous y avons ajouté les valeurs mesurées pour $V_{G_2G_4} = + 3$ V et $-1,5$ V bien que dans un souci de clarté nous ne présenterons pas leurs spectres sur la fig. |26|.

$V_{G_2G_4}$ (V)	-1,5	0	3	5	10	15
$E_{\max}$ (eV)	1,95	1,4	0,9	0,8	1	1,2
$E_{1/2}$ (eV)	6,5	5,7	4,1	3,8	3,6	3,6

tableau |F|

Nous avons finalement retenu la valeur de 10 V pour la tension à appliquer aux grilles G_2 et G_4 . Ce choix est justifié pour les raisons suivantes :

- Dans le tableau |F|, les grandeurs caractéristiques du pic secondaire ne varient pas sensiblement pour $V_{G_2G_4} = 5, 10$ et 15 V.

- Les variations du courant grille dues pour l'essentiel aux électrons tertiaires quittant G_4 ne doivent pas modifier le courant secondaire atteignant le collecteur pendant l'enregistrement du pic secondaire, comme on peut le noter sur la figure |18| quand $V_{G_4} = 10$ V. Pour les mêmes raisons, l'application de 10 V sur G_2 doit faire en sorte que l'émission tertiaire de G_3 n'intervienne que comme une composante continue sur le collecteur durant l'enregistrement du pic secondaire.

Le choix de ce potentiel résulte d'un compromis qui consiste d'une part à éviter que les émissions tertiaires des grilles G_4 et G_3 ne perturbent l'enregistrement de la distribution énergétique des vrais secondaires et d'autre part à limiter le champ électrique entre la cible et G_4 pour ne pas trop modifier les trajectoires des électrons secondaires de faible énergie.

3.4 - MESURE DE L'INTENSITE DU PIC AUGER ($M_{2,3}$ $M_{4,5}$ $M_{4,5}$) DU CUIVRE POUR DIFFERENTES ENERGIES PRIMAIRES

La spectroscopie Auger a été pour nous un moyen efficace de contrôler la propreté de notre surface au moment de la mesure. Notre intérêt s'est donc porté sur l'aspect qualitatif de la méthode, c'est-à-dire la détermination de la nature des contaminants. Nous avons, lors du nettoyage, estimé que la surface était propre lorsque les pics du cuivre étaient maximaux et que les pics de contaminants étaient minimaux. L'aspect quantitatif de la spectroscopie Auger est en effet mal connu et il est assez difficile de relier la concentration des impuretés à l'intensité des pics Auger correspondants. Signalons cependant les travaux de UEDA |58| qui, utilisant une formule proposée par Bishop et Rivière |59| calcule la concentration des contaminants (P, S et C) présents sur un cristal (110) de fer au fur et à mesure d'un nettoyage alterné de bombardements ioniques et de recuits.

Bishop et Rivière proposent d'évaluer le nombre n d'électrons Auger d'un élément A par électron primaire incident à l'aide de la formule :

$$n = N \times r \times \frac{1}{\cos \phi} \times (1 - \omega) \times \Phi \left(\frac{E_P}{E_C} \right)$$

où N est le nombre d'atomes de l'élément A par cm^2 de surface

r est un terme correctif qui tient compte de l'ionisation du niveau initial de la transition Auger par les électrons rétrodiffusés.

ϕ est l'angle d'incidence du faisceau primaire

ω le rendement d'émission X pour le niveau initial de la transition Auger

$\Phi \left(\frac{E_p}{E_C} \right)$ la section efficace d'ionisation d'un niveau d'énergie E_C pour une énergie primaire E_p .

On peut faire quelques remarques au sujet de cette formule.

L'augmentation de l'intensité Auger par un facteur $\frac{1}{\cos \phi}$ avec l'angle d'incidence du faisceau primaire peut s'expliquer en remarquant que la profondeur de pénétration du faisceau primaire est très supérieure à la profondeur de libération des électrons Auger. Cette profondeur est évaluée par PALMBERG respectivement à 4 Å et 8 Å pour les transitions à 72 eV de l'or et 362 eV de l'argent. Il est alors évident que le nombre d'électrons Auger émis augmentera proportionnellement à la densité d'électrons primaires dans le volume détecté, c'est-à-dire en $\frac{1}{\cos \phi}$. Cette relation ne tient pas compte de l'augmentation de la réflexion avec l'angle d'incidence. Une valeur usuelle de 75° est généralement utilisée pour rendre maximale la détection Auger. On peut noter encore que r traduit la possibilité pour les rétrodiffusés ayant une énergie supérieure à E_C , d'ioniser le niveau initial de la transition Auger, et que $1-\omega \neq 1$ pour les transitions Auger d'énergie inférieure à 2 keV.

Afin de montrer la validité d'une telle relation, nous avons enregistré la transition Auger du cuivre ($M_{2,3} M_{4,5} M_{4,5}$) en fonction de l'énergie primaire après le nettoyage "in situ" précédemment décrit.

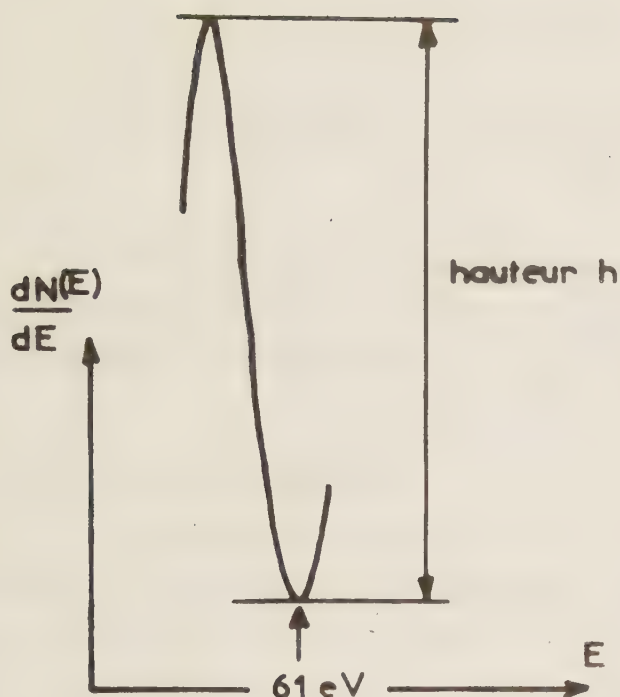
L'énergie du niveau initial d'ionisation de cette transition mesurée par rapport au niveau du vide est $E_{M_{2,3}} = 73,4$ eV. Dans notre expérience $\phi = 0$ et pour le niveau mis en jeu $1-\omega \neq 1$. On doit donc vérifier que l'intensité de cette transition est proportionnelle au produit $r \times \Phi$.

La section efficace d'ionisation du niveau $M_{2,3}$ est déduite d'une formule semi-empirique de Gryśiński. Selon Meyer [61] la formulation de Gryśiński rend bien compte de la forme des sections efficaces d'ionisation expérimentales de Glupé. Les valeurs que nous utilisons ici sont celles calculées par Gañachaud pour l'étude théorique de l'émission électronique secondaire. Le facteur r de rétrodiffusion est celui calculé par Bishop pour des électrons primaires de 10 keV en supposant le nombre de rétrodiffusés indépendant de leur énergie. Dans ce cas, l'énergie des rétrodiffusés est comprise entre 73,4 eV et E_p . On peut difficilement admettre que le rendement η soit constant quelle que soit l'énergie primaire. C'est pourquoi nous proposons de prendre dans ce cas :

$$r' = 1 + (r-1) \left(\frac{\eta}{\eta_{\max}} \right)$$



Intensité de la transition Auger $M_{2,3}$ $M_{4,5}$ $M_{4,5}$ du cuivre fig. 27



Cette transition du cuivre est localisée sur la courbe dérivée de la distribution énergétique par un pic positif et un pic négatif à 61 eV. Nous avons choisi pour traduire l'intensité de la transition de mesurer la hauteur h pic à pic pour différentes énergies primaires et pour une modulation d'amplitude égale à 2 Volts.

Sur la fig. |27| nous avons reporté ces différentes valeurs en coordonnées réduites, c'est-à-dire $h = 1$ pour la hauteur maximale et en abscisse $U = \frac{E_P}{E_C}$ avec $E_C = 73,4$ eV.

Sur la même figure nous avons reporté les courbes $\phi(U)$; $r \times \phi(U)$ et $r' \times \phi(U)$ qui sont toutes normalisées à l'unité en ordonnée. Ces résultats mettent en évidence l'importance de la section efficace d'ionisation et de la contribution des rétrodiffusés sur l'intensité de cette transition Auger. On remarque que la prise en compte de la variation de η aux faibles énergies donne un accord légèrement meilleur avec nos résultats expérimentaux. La différence notée peut éventuellement s'expliquer par une participation plus importante des rétrodiffusés. Un ajustement plus précis ne serait éventuellement possible qu'en prenant pour les résultats expérimentaux une grandeur plus caractéristique de l'intensité Auger comme celle obtenue par exemple par Meyer |61| qui réalise une intégration graphique des pics mesurés de la distribution $\frac{dN(E)}{dE}$.

Goto |9| fait état d'une observation similaire concernant la transition $L_{2,3}$ VV du silicium à 90 eV avec $E_C = 99$ eV.

L'intensité maximale est obtenue pour $E_P = 5$ à 10 fois E_C alors que la section efficace d'ionisation est maximale dans ce cas pour 3 à 3,5 fois E_C d'après Bishop et Rivière.

Chapitre 4

RESULTATS OBTENUS POUR UN MONOCRISTAL DE CUIVRE (111)

Ces résultats concernent deux des observables de l'émission électro-nique secondaire, à savoir la distribution énergétique des vrais secondaires et d'autre part les rendements σ , η et δ précédemment définis.

4.1 DISTRIBUTION ENERGETIQUE

Il s'agissait tout d'abord pour cet observable d'essayer d'expliquer l'origine de la dispersion des résultats récemment publiés. Nous rappelons que nos résultats ont été obtenus pour un cristal de cuivre (111) après obtention d'une surface propre contrôlée en spectroscopie Auger. La valeur de + 10 V était appliquée aux grilles G_2 et G_4 (fig. |9 |) de notre analyseur à champ retardateur afin d'atténuer les effets de l'émission tertiaire des grilles.

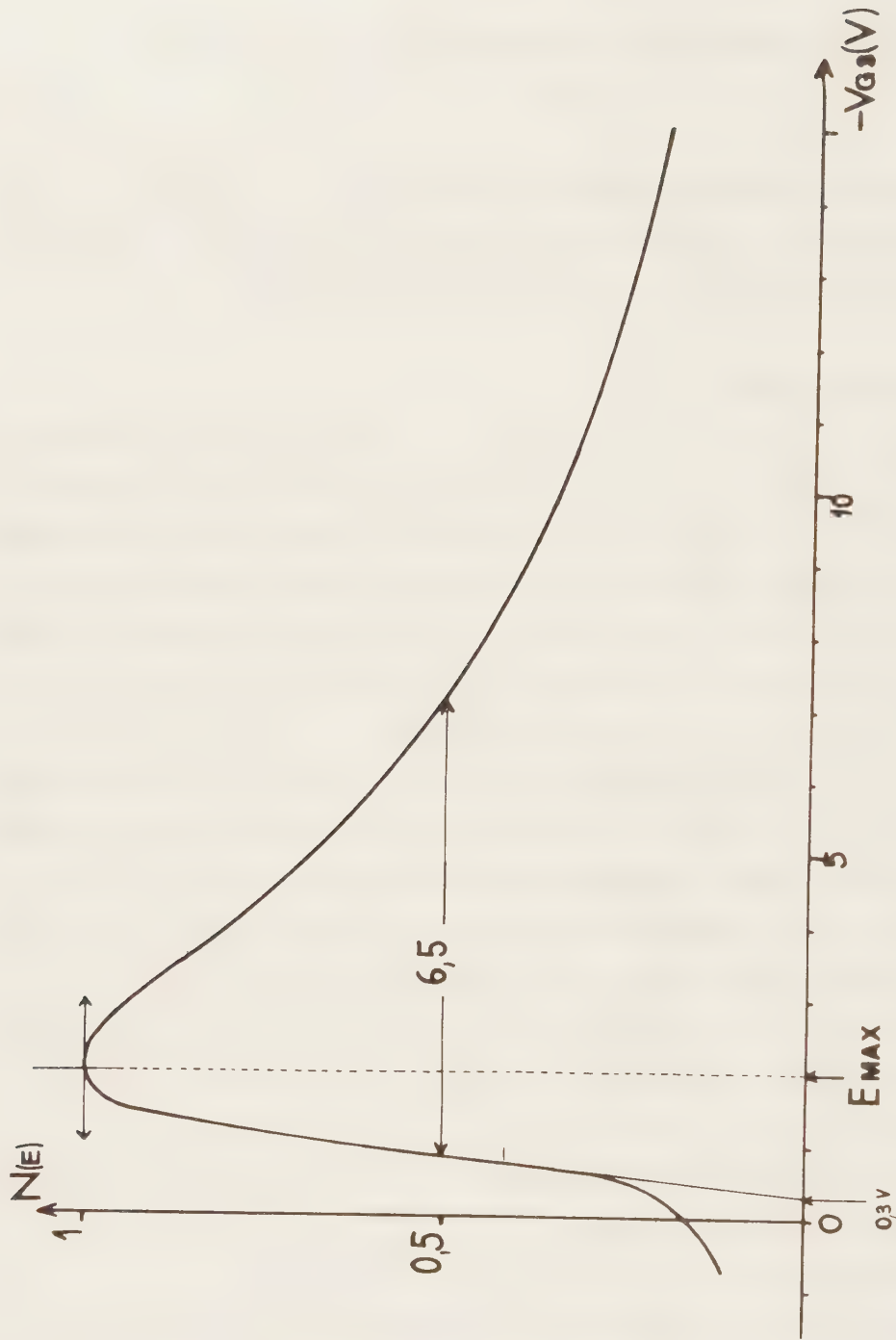
a) Comparaison avec les autres résultats :

La distribution énergétique tracée fig. |28| a été obtenue pour une énergie primaire de 300 eV. Le "Cut-off" de cette distribution correspond à $V_{G_3} = - 0,3$ V. Cette valeur correspond approximativement à la différence des travaux de sortie de notre échantillon en cuivre et de notre grille en acier inoxydable. La valeur mesurée donne donc $\phi_{\text{grille}} = \phi_{\text{Cu}} - 0,3 \text{ eV} = 4,2 \text{ eV}$. Cette valeur est tout à fait compatible avec les valeurs usuelles des travaux de sortie des aciers. Elle correspond à la valeur du travail de sortie du fer d'après Rivière.

Le courant cible mesuré était de 0,24 μA et le courant primaire d'environ 2 μA . La variation du courant primaire entre 4 μA et 0,1 μA n'a pas entraîné la déformation de la distribution énergétique mesurée.

L'amplitude de la modulation était de 30 mV et nous n'avons pas constaté non plus de modifications de la distribution énergétique lorsque la modulation variait entre 30 mV et 650 mV.

Sur la fig. |28| nous comparons notre distribution à celle observée par d'autres auteurs. Dans un souci de clarté nous avons normalisé toutes les courbes autour d'une valeur unitaire correspondant aux maximums. Les énergies E_{max} obtenues pour ce maximum par les différents auteurs sont indiquées dans le tableau |G | où nous avons comparé également les conditions expérimentales. Dans ce tableau la largeur à mi-hauteur du pic vrai secondaire est notée $E \frac{1}{2}$ et ϕ représente l'angle d'incidence du faisceau primaire.



DISTRIBUTION ENERGETIQUE DU CUIVRE (111) à $E_F = 300 \text{ eV}$

Fig: 28

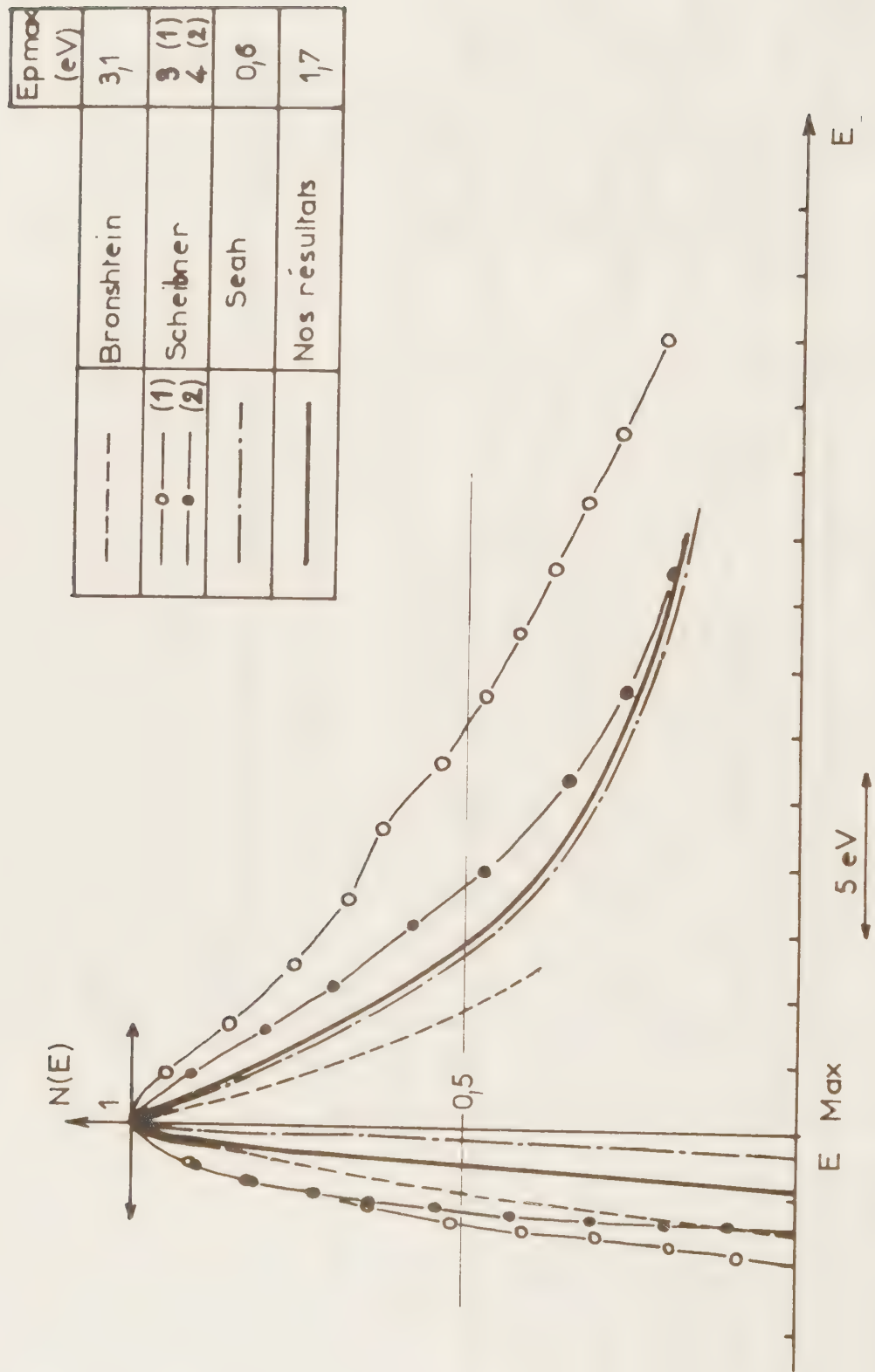
	Echantillon	E _{Max} (eV)	E $\frac{1}{2}$ (eV)	ip ϕ	E _p (eV)	Propreté surface test	Pression résiduelle (Torr)	Analyseur	V _{G4} nature grille	Structure fine	Résolution
Bronshtein 46	Cu évaporé	3,1	5,5	? 0°	1200	Evaporation ~ 10 ⁻⁸ Torr	3 × 10 ⁻⁹	1 grille		non	?
Scheibner 53 (1) et (2)	Cu (100)	4(1) 3(2)	15(1) 10(2)	? 0°	190(1) 250(2)	Bt Ions + recuits Auger	ultra-vide non précisé	3 grilles	0 grille nickelée	oui 13 eV	3 grilles donc ~ 3 %
Seah 36	Cu évaporé	0,6	5,5	0,8 μA 20°	300	Cu 6 N Evaporation 1,5 × 10 ⁻¹⁰ Torr Auger	5 × 10 ⁻¹¹	2 grilles	+1,5V grilles en W	oui 14,2 (faible)	0,8 %
Nos résultats	Cu (111)	1,7	6,5	2 μA	300	Bt Ions + recuits Auger	2 × 10 ⁻¹⁰	4 grilles	+10V grilles en acier	oui ~ 20 V (faible)	1,4 %

* dispositif décrit dans le chapitre 2

- La courbe de Scheibner (2) est celle donnée par Amélio | 62 |

DISTRIBUTION ENERGETIQUE DU CUIVRE - COMPARAISON DES METHODES EXPERIMENTALES

Tableau | G |



Distribution énergétique du cuivre fig: 29

Dans l'ensemble les courbes sont assez étroites à l'exception de celles de Scheibner et Tharp. Si on s'en réfère à ce que nous avons dit dans le chapitre précédent, il faut peut être en rechercher les causes dans l'influence de l'effet perturbateur des grilles en l'absence de tension sur les grilles G_2 et G_4 . En effet, ces auteurs utilisent le même appareillage que nous avec $V_{G_2 G_4} = 0$. Or, nous avons effectivement constaté que la largeur de la courbe à mi-hauteur augmentait de 50 % quand on fait passer $V_{G_2 G_4}$ de 10 V à 0 V. Cet élargissement permet ainsi de retrouver la distribution énergétique de Scheibner (2) telle qu'elle est rapportée par Amélio.

Les résultats de Bronshtein et de Seah sur des polycristaux de cuivre évaporés sous vide sont identiques quant à leur largeur à mi-hauteur mais différent assez sensiblement quant à la position du maximum. On doit cependant noter que Seah opère dans des conditions différentes puisqu'il observe la distribution énergétique dans un faible angle solide (12 millistéradians) autour de la normale pour un faisceau primaire dont l'incidence est à 70° par rapport à la normale. La forme du pic que nous obtenons pour $E > E_{\max}$ correspond bien aux observations de cet auteur qui a dans ce cas exprimé cette variation par une loi en puissance.

$$N(E) \propto \frac{1}{(E + 4,5)^X} \cdot \frac{E}{E + 0,35}$$

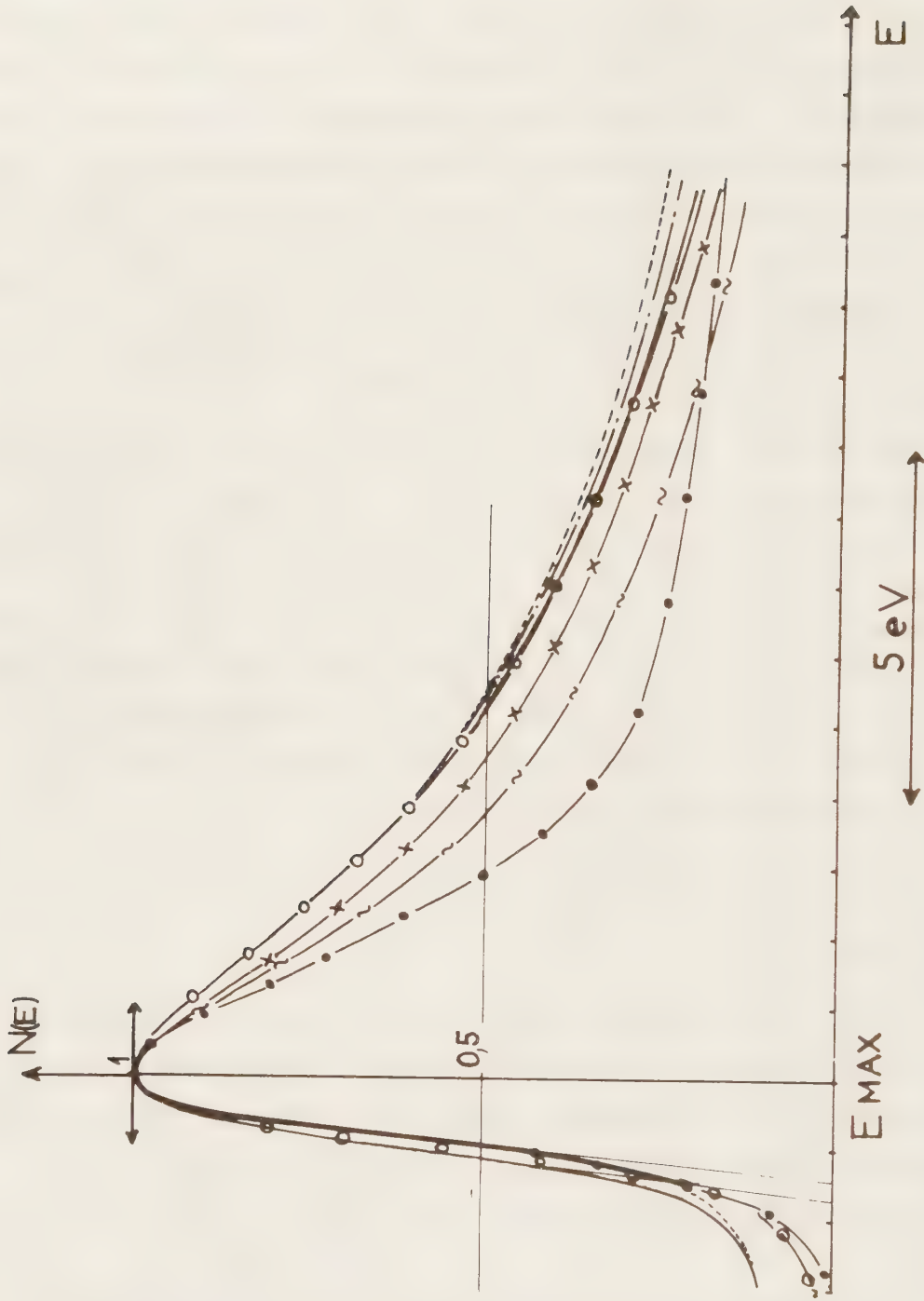
avec pour le cuivre $X = 1,6$

Nos résultats diffèrent de ceux de Seah essentiellement par une montée plus rapide du pic secondaire vrai donc corrélativement par la position du maximum. Il note cependant que pour des angles d'émergence supérieurs, le maximum du pic secondaire se déplace vers les hautes énergies (variation de 50 % de $E_{P \max}$ pour l'argent quand l'angle d'émergence passe de 0 à 65°).

On peut donc en conclure que nos résultats sont assez proches de ceux de Seah et que les écarts observés, essentiellement pour la position du maximum, résultent des différences dans les conditions expérimentales.

b) Variation avec l'énergie primaire :

Pour effectuer ces mesures tout en conservant la même sensibilité du détecteur synchrone et de l'enregistreur, nous avons ajusté la modulation afin d'obtenir une même amplitude du maximum du pic secondaire. Nous avons alors vérifié que l'amplitude de la modulation gardait des valeurs telles qu'aucune modification n'apparaissait pour la distribution à $E_p = 300$ eV.



DISTRIBUTION ENERGETIQUE E_p VARIABLE fig: 30

$(E_p : \dots 100 \dots 200 \dots 300 \dots 400 \dots 577 \dots 1000 \dots 1500 \dots)$
 (eV)

Nous avons reporté dans le tableau |H| les résultats trouvés et nous comparons les différentes courbes sur la fig. |30|.

Courbes N°	1	2	3	4	5	6	7
E_p (eV)	100	200	300	400	577	1000	1500
E_M (eV)	1,3	1,5	1,7	1,7	1,5	1,5	1,4
$E \frac{1}{2}$ (eV)	6,4	6,4	6,5	6,3	5,7	4,8	4
Ampl. modul. (mV)	120	69	59	47	40	35	50
i_{cible} (μA) à $V_{G3} = -10V$	0,67	0,09	-0,32	-0,59	-0,83	-0,68	
V_{G3} (V) pour "Cut off"	-0,2	-0,2	-0,3	-0,4	-0,5	-0,45	-0,3

tableau |H|

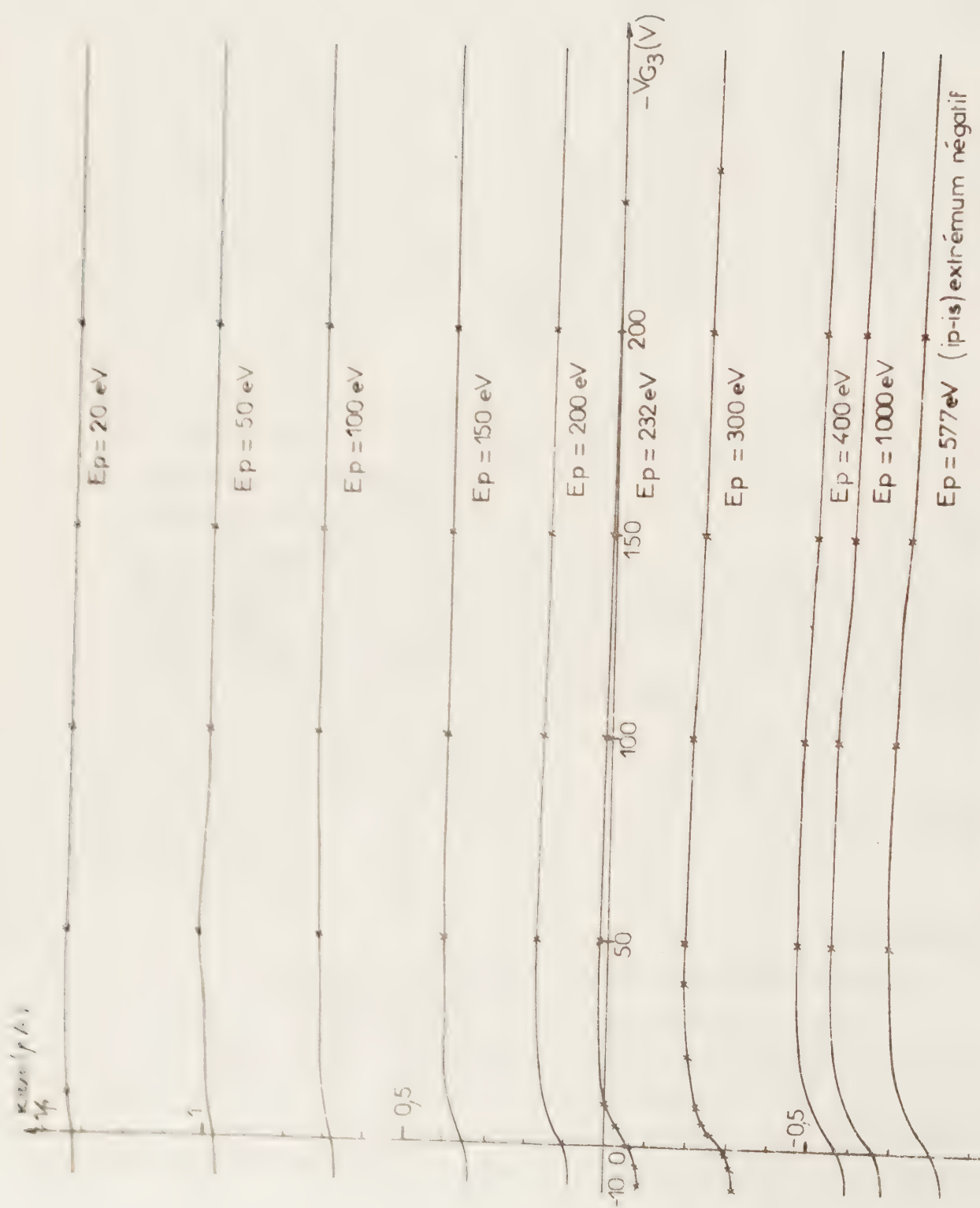
Nous remarquons le peu d'influence de l'énergie primaire entre 100 et 400 eV. Dans ce domaine (60 à 300 eV) Seah notait également une très faible influence sur la largeur à mi-hauteur. Les différences constatées entre les courbes (1) et (2) de Sheibner ne peuvent donc vraisemblablement pas s'expliquer par les énergies primaires correspondantes qui étaient respectivement de 190 eV et 250 eV. Entre 400 et 1500 eV nous remarquons un rétrécissement de la distribution énergétique alors que Bronshtein |46| ne signalait aucune modification pour des énergies primaires comprises entre 500 eV et 1200 eV.

Shulman |63| trouve des élargissements du même ordre de grandeur pour E_p entre 100 et 1000 eV pour le silicium et signale une expérience identique pour le germanium.

4.2 - RENDEMENTS

a) Courant cible pour différentes énergies primaires

Lorsque nous avons effectué les enregistrements des distributions énergétiques pour différentes énergies primaires nous avons mesuré le courant cible. Nous avons alors constaté que le courant cible subissait des variations relativement importantes lors de l'enregistrement d'une distribution énergétique, c'est-à-dire pour V_{G3} variant entre + 10 Volts et - 15 Volts, et $E_p =$ constante.



Courant cible — Ep variable
G₂ G₄ = 10 V — VG₃ variable

fig: 31

Nous avons reporté sur la fig. |31| les variations de ce courant cible pour différentes énergies primaires en étendant les variations de V_{G_3} de + 10 V à - 250 V.

En examinant la courbe pour $E_p = 300$ eV nous constatons que le courant cible augmente de -0,28 μ A à -0,2 μ A quand le potentiel retardateur passe de 0 à -50 V. Cette augmentation provient des vrais secondaires qui sont progressivement repoussés par le potentiel retardateur appliqué à G_3 et donc susceptibles d'atteindre la cible sur leur trajet de retour.

$$\text{Dans cette hypothèse si } V_{G_3} = 0 ; i_{\text{cible}} = i_p - i_s \text{ et si}$$

$$V_{G_3} = -50 \text{ V} ; i_{\text{cible}} = i_p - i_s + k \int_0^{50} N(E) dE \quad (k \ll 1)$$

En accord avec cette hypothèse on peut remarquer que cette augmentation croît avec l'énergie primaire pour se stabiliser vers $E_p = 400$ eV, ce qui correspond à des variations très plausibles pour $\delta = f(E_p)$.

Une légère diminution du courant cible intervient quand V_{G_3} passe de -50 V à -250 V. Cette diminution n'apparaît que pour $E_p > 200$ eV et est d'autant plus marquée que l'énergie primaire est plus élevée. Cette diminution est vraisemblablement due à une augmentation Δi_s de l'émission secondaire de la cible sous l'impact d'une partie des électrons repoussés par la grille G_3 et qui retombent sur cette cible.

$$V_{G_3} = -50 ; i_{\text{cible}} = i_p - i_s + k \int_0^{50} N(E) dE$$

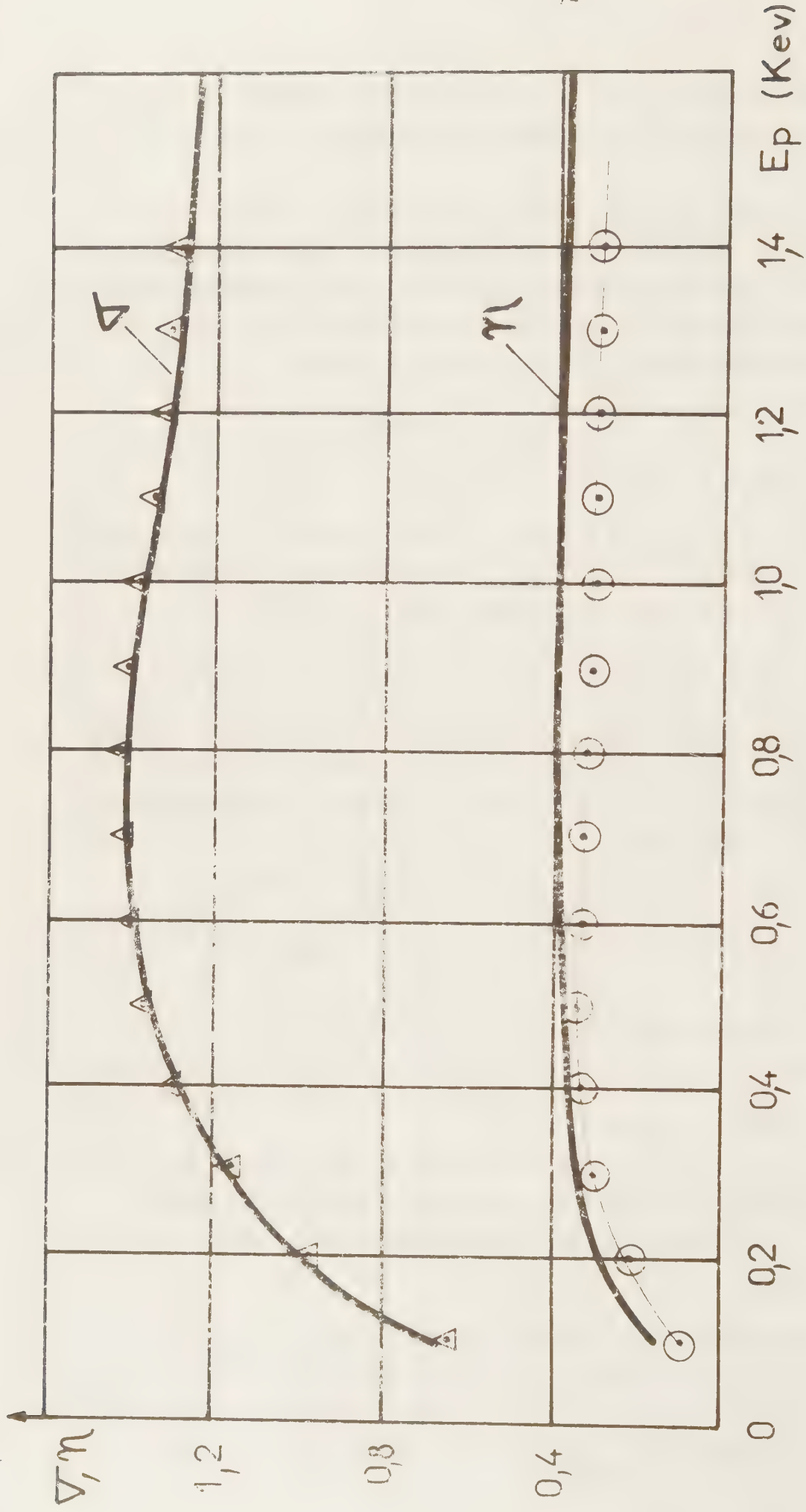
$$V_{G_3} = -250 ; i_{\text{cible}} = i_p - i_s + k \int_0^{50} N(E) dE + k \int_{50}^{250} N(E) dE - \Delta i_s$$

La diminution constatée pour $E_p > 200$ eV implique que $\Delta i_s > k \int_{50}^{250} N(E) dE$, ce qui semble plausible puisque dans ce cas Bronshtein |5| donne un rendement du cuivre $\sigma > 1$.

La diminution du courant cible quand V_{G_3} passe de 0 à + 10 V est conforme aux hypothèses émises dans le chapitre 3, à savoir que l'émission tertiaire de G_4 primitivement repoussée est progressivement attirée vers le collecteur quand $V_{G_3} \rightarrow V_{G_4}$.

En choisissant les valeurs du courant cible pour $V_{G_3} = + 10$ V et en extrapolant aux faibles énergies primaires, c'est-à-dire lorsque $i_s \rightarrow 0$ on obtient $i_p \sim i_c$ $E_p \rightarrow 0$ soit $i_p \sim 1,7 \mu$ A. On peut alors déduire i_s du courant cible mesuré, et calculer :

$$\sigma = \frac{i_s}{i_p}$$



RENDEMENTS DU CUIVRE D'APRES BRONSHTEIN — Δ η
NOS MESURES Δ η

Fig: 32

pour chaque valeur de E_p . Par ce moyen très simple on obtient une courbe dont l'accord avec les résultats de Bronshtein est satisfaisant.

Ce premier résultat concernant les rendements nous a encouragé à effectuer quelques mesures plus précises afin de voir si pour le cuivre un meilleur accord avec les résultats de Bronshtein [5] permettait de confirmer les rendements publiés par cet auteur pour de nombreux autres éléments.

b) Rendement global σ

La mesure simultanée du courant cible i_c et du courant secondaire émis i_s doit permettre de calculer :

$$\sigma = \frac{i_s}{i_p} = \frac{i_s}{i_c + i_s} \quad \text{puisque } i_c = i_p - i_s$$

Afin d'attirer le maximum d'électrons vers le collecteur, d'éviter la charge de la couche fluorescente de l'écran et de bloquer l'émission tertiaire des différentes grilles, nous avons choisi d'appliquer un potentiel commun aux 4 grilles et au collecteur et de mesurer le courant secondaire total capté par l'ensemble du collecteur ainsi constitué. Nous appliquons un potentiel de + 200 V après avoir remarqué que le courant i_s mesuré était stable pour des variations de ± 50 V autour de cette valeur.

Palmberg [42] avec un dispositif 3 grilles suggérait l'application d'une post-accélération de 300 V pour cette mesure.

Les mesures ont montré qu'il était très important de fixer avec précision les conditions de focalisation. Comme nous l'avons signalé précédemment les réglages des potentiels ont été effectués pour obtenir un minimum du courant cible. On peut penser que dans ces conditions nous obtenons effectivement un courant primaire homocinétique avec un minimum d'électrons de faible énergie.

Dans ces conditions, les mesures rapportées sur la figure [32] sont en très bon accord avec les résultats de Bronshtein [5]. On pourrait même s'étonner de la faible dispersion des résultats étant donné que les mesures de i_c et de i_s étaient effectuées avec des microampèremètres dont le constructeur assurait une incertitude de 1,5 % pour une déviation maximale.

Un simple calcul d'erreur montre cependant que :

$$\frac{\Delta\sigma}{\sigma} = (\sigma - 1) \left(\frac{\Delta i_s}{i_s} + \frac{\Delta i_c}{i_c} \right)$$

ce qui donne pour :

$$E_p = 250 \text{ eV} \quad i_c = 0,19 \text{ } \mu\text{A} \quad \text{avec} \quad \frac{\Delta i_c}{i_c} = 7,5 \% \quad \rightarrow \frac{\Delta \sigma}{\sigma} \sim 1,1 \%$$

$$i_s = 1,89 \text{ } \mu\text{A} \quad \text{avec} \quad \frac{\Delta i_s}{i_s} = 2,4 \%$$

$$\sigma = 1,11$$

$$\text{et} \quad E_p = 600 \text{ eV} \quad i_c = 0,77 \text{ } \mu\text{A} \quad \text{avec} \quad \frac{\Delta i_c}{i_c} = 2 \% \quad \rightarrow \frac{\Delta \sigma}{\sigma} = 2 \%$$

$$i_s = 2,67 \text{ } \mu\text{A} \quad \text{avec} \quad \frac{\Delta i_s}{i_s} = 1,7 \%$$

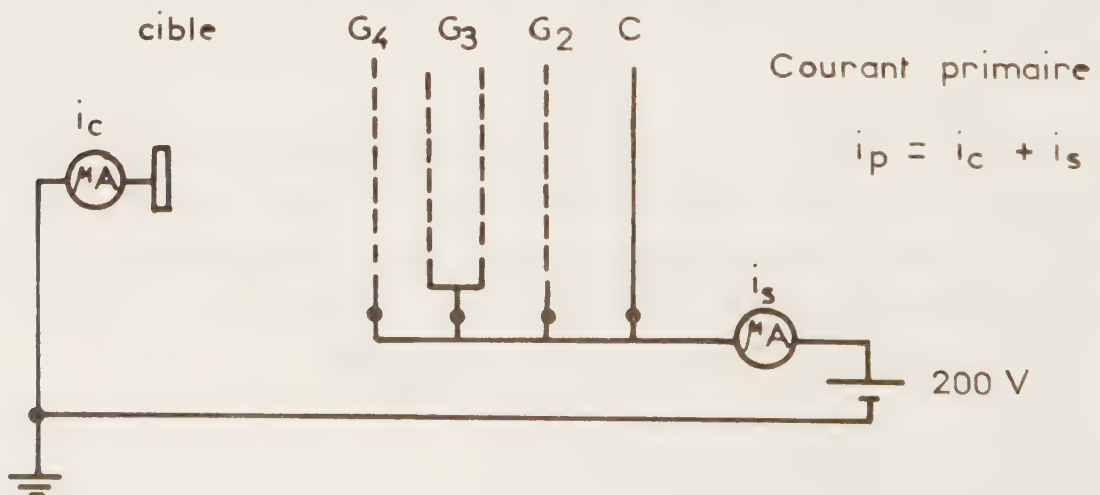
$$\sigma = 1,4$$

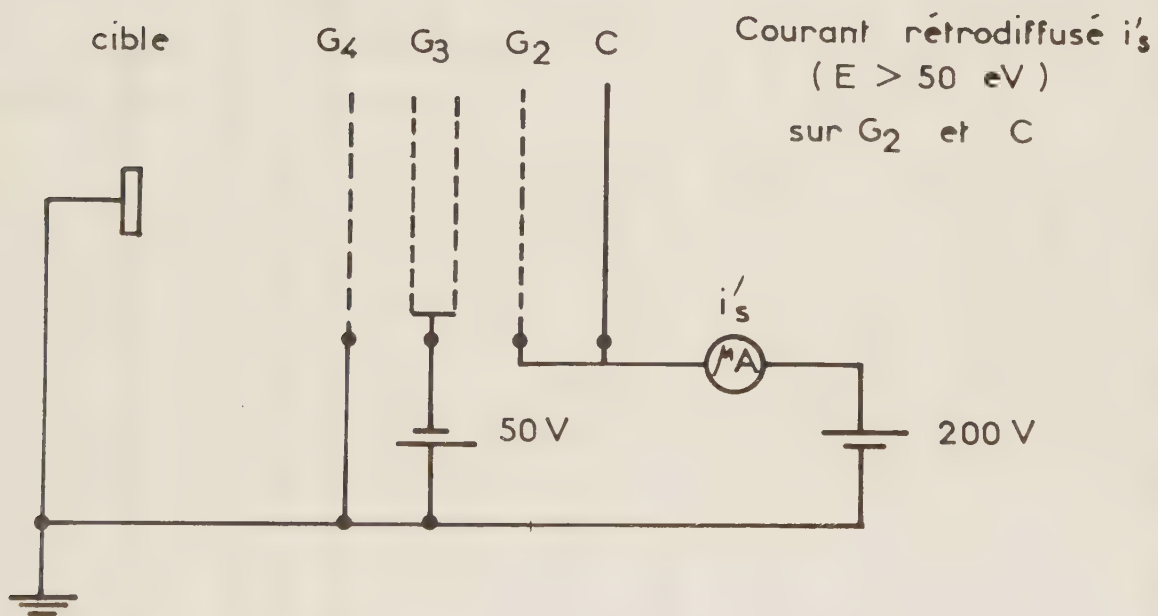
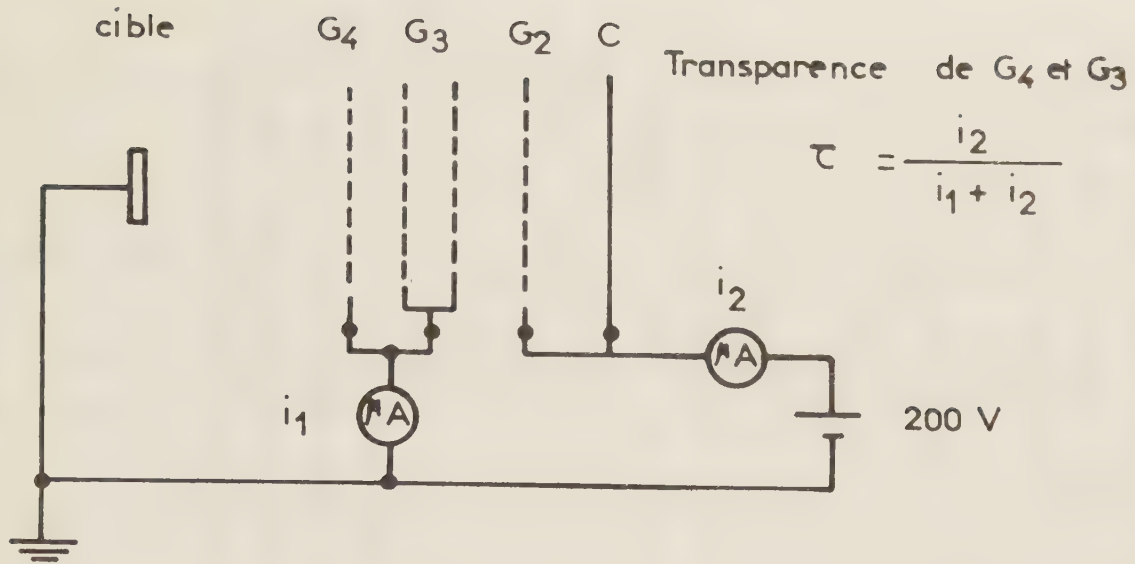
Bien que l'incertitude sur les courants mesurés soit relativement importante, on s'aperçoit que l'incertitude sur σ ne doit pas excéder 2 %.

c) Rendement des rétrodiffusés η

Pour effectuer ces mesures nous avons adopté la méthode utilisée par Richard [8]. Cette méthode était appliquée avec une optique 2 grilles et permettait de calculer pour chaque mesure la transparence des grilles. L'identification avec notre optique 4 grilles a été obtenue en reliant G_2 au collecteur, la grille G_2 dédoublée recevant le potentiel retardateur.

Les mesures suivantes sont nécessaires et permettent d'obtenir le courant primaire i_p , la transparence des grilles G_4 et G_3 , le courant rétrodiffusé ($E > 50 \text{ eV}$) arrivant sur G_2 et le collecteur.





Le courant rétrodiffusé quittant la cible est égal à $\frac{i'_s}{\tau}$ et le rendement :

$$\eta = \frac{i'_s}{\tau \times i_p}$$

Les résultats des mesures sont donnés dans le tableau | J |.

Les valeurs de η ainsi obtenues sont comparées aux résultats de Bronshtein sur la fig. | 32 |.

E_p (eV)	100	150	200	250	300	400	500	600	700	800	900	1000	1100	1200	1300	1400
i_s (μA)	1,22	1,575	1,8	2,17	2,22	2,5	2,49	2,70	2,75	2,65	2,67	2,44	2,60	2,55	2,47	2,50
i_c (μA)	0,64	0,295	0,08	-0,21	-0,325	-0,58	-0,685	-0,78	-0,805	-0,795	-0,79	-0,665	-0,675	-0,70	-0,57	-0,54
i_p (μA)	1,86	1,87	1,88	1,96	1,895	1,92	1,805	1,92	1,945	1,865	1,88	1,775	1,925	1,95	1,90	1,96
i_1 (μA)	0,49	0,575	0,64	0,615	0,665	0,67	0,64	0,71	0,725	0,715	0,70	0,62	0,65	0,645	0,68	0,65
i_2 (μA)	0,37	0,54	0,665	0,815	0,825	1,04	1,03	1,07	1,08	1,08	1,04	0,91	0,98	0,98	1,05	0,96
i'_s (μA)	0,085	0,16	0,21	0,30	0,33	0,40	0,38	0,38	0,375	0,375	0,35	0,32	0,36	0,36	0,32	0,35
τ	0,43	0,47	0,51	0,57	0,55	0,61	0,615	0,60	0,59	0,60	0,60	0,595	0,60	0,64	0,61	0,60
σ	0,65	0,84	0,96	1,11	1,19	1,30	1,38	1,40	1,41	1,43	1,41	1,38	1,35	1,31	1,30	1,28
η	0,11	0,18	0,22	0,27	0,31	0,34	0,34	0,33	0,32	0,33	0,31	0,305	0,315	0,29	0,29	0,30

Courants mesurés - Détermination de σ et η - tableau | J |

On doit remarquer que les résultats que nous obtenons correspondent aux rétrodiffusés qui sont émis dans un cône de $\frac{1}{2}$ angle au sommet 50° . Il n'est donc pas étonnant de trouver des valeurs inférieures à celles de Bronshtein. Le terme correctif à appliquer serait de $\frac{100}{60} \sim 1,65$ si l'on admettait une distribution spatiale en cosinus de rétrodiffusés. En intégrant la distribution spatiale donnée pour du cuivre polycristallin et une énergie primaire $E_p = 500$ eV, par Bronshtein [13], on trouve un terme correctif d'environ 1,5. Ce facteur correspond assez bien au rapport $\frac{i_s}{i_1 + i_2}$ qui doit effectivement rendre compte de cette correction.

En multipliant par 1,5 nos résultats, on s'aperçoit que la courbe de Bronshtein est encadrée par nos résultats avant et après correction.

Il faut par ailleurs remarquer que le courant i_s mesuré comprend non seulement les rétrodiffusés filtrés par G_3 mais également les tertiaires de cette grille. De plus, la détermination de la transparence de G_4 et G_3 n'est qu'approximative puisqu'elle ne tient pas compte de l'énergie des électrons secondaires, ni d'une éventuelle variation de la transparence de G_4 quand G_3 passe de 0 à -50 V.

Ces premières mesures avec notre spectroscope Auger ont donc permis de vérifier les résultats de Bronshtein. Pour σ , les résultats obtenus sont en très bon accord. Pour η , nos résultats sont conformes aux valeurs proposées par Bronshtein, étant donné les incertitudes sur cette mesure.

Les valeurs de δ se déduisent par différence des résultats σ et η . On peut donc dire qu'aux incertitudes près sur la mesure de η , on retrouve des valeurs que l'on pourrait déduire des résultats de Bronshtein.

CONCLUSION

Cette étude a eu essentiellement pour but d'adapter un analyseur à champ retardateur à 4 grilles à nos mesures d'émission électronique secondaire. L'avantage d'un tel dispositif est de permettre le contrôle de la propreté de la surface analysée en spectroscopie Auger et ainsi de s'assurer avec certitude de la nature de la cible. Par contre, si on ne prend pas toutes les précautions nécessaires, ce dispositif engendre des effets perturbateurs signalés parfois dans la littérature et que nous avons analysés en détail. Nous avons établi que l'origine de ces perturbations se trouvait dans une émission tertiaire des grilles, soit parce que des électrons y sont excités par le bombardement des électrons secondaires, soit simplement parce que ces électrons secondaires y perdent de leur énergie normale par déflexion. Nous avons proposé une solution permettant de séparer les effets perturbateurs des effets que l'on veut observer et qui nous a permis d'obtenir le spectre énergétique des vrais secondaires d'un cristal de cuivre (111). La dispersion des résultats de la littérature peut s'expliquer en grande partie par la non séparation dans certaines observations des effets perturbateurs. Nous n'avons pas observé la structure fine observée par Jenkins [17] pour un même cristal de cuivre (111). Sans doute parce que nos conditions expérimentales sont différentes. Il serait intéressant d'utiliser comme Jenkins un faisceau primaire plus intense ($200 \mu A$) sous incidence rasante (15°). Ceci nous permettrait tout d'abord d'observer si dans les conditions expérimentales équivalentes, nous retrouvons une structure fine analogue et éventuellement de voir la dépendance de cette structure vis à vis des phénomènes perturbateurs que nous avons signalés. Par ailleurs, l'utilisation d'un tel faisceau primaire augmenterait la sensibilité de la détection Auger, ce qui nous permettrait d'améliorer le contrôle de notre technique de nettoyage "in situ".

Afin de confirmer cette observation et avant de l'étendre à l'étude d'autres éléments, nous pensons qu'il est nécessaire de multiplier les mesures comparatives, par exemple, influence éventuelle de la préparation de notre surface (étude de plusieurs faces cristallines et couche polycristalline obtenue par évaporation sous ultra-vide), application de solutions

différentes pour la modulation du champ retardateur et comparaison avec la dérivation du courant collecteur par amplificateur opérationnel (réf. [47]).

Nous avons mesuré également les rendements de l'émission électronique secondaire pour la face(111) du cristal de cuivre. Nos résultats pour le rendement global $\sigma = (E_p)$ sont en parfait accord avec ceux de Bronshtein. Par contre les valeurs que nous obtenons pour le coefficient de rétrodiffusion sont plus faibles que celles de Bronshtein. Ceci est dû au fait que notre détecteur ne collecte les électrons que dans un cône de demi-angle au sommet 50° . Une mesure plus précise nécessite l'utilisation d'un angle de collection plus grand.

Cette étude s'inscrit dans un travail à la fois expérimental et théorique sur l'émission électronique secondaire.

Les théories développées ne peuvent se contenter de prévoir telle ou telle grandeur mais doivent respecter l'ensemble des résultats expérimentaux. Les méthodes analytiques d'Amelio ou de Puff s'appuyant sur les fonctions sources de Streitwolf et Stolz conduisent à des résultats à peu près corrects pour les distributions énergétiques mais à des rendements environ 10 fois trop faibles. Les méthodes de simulation permettent de prendre en considération des hypothèses physiques réalistes et conduisent pratiquement à un bon accord avec l'expérience pour un bon nombre d'observations (rendements, distributions énergétiques). Elles permettent simultanément d'obtenir les distributions angulaires, les coefficients de transmission pour les couches minces etc... c'est-à-dire qu'elles permettent de rendre compte pratiquement de l'ensemble des observables. La nécessité de confronter le modèle théorique proposé à l'expérience nous conduit naturellement à étendre nos investigations expérimentales aux autres observables et à d'autres éléments tels que l'argent, l'aluminium et surtout l'or pour lequel aucune distribution énergétique n'a encore été publiée à notre connaissance.

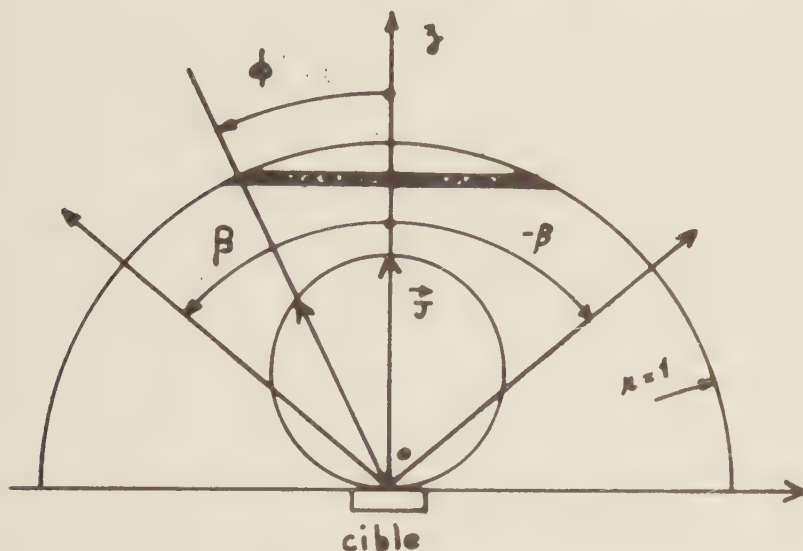
BIBLIOGRAPHIE

- [1] L. AUSTIN et H. STARKE Ann. Phys. Lpz, 9, (1902), p.271
- [2] H. BRUINING Physics and Applications of é.é.s. Pergamon Press, Londres, 1954.
- [3] O. HACHENBERG et W. BRAUER Adv in Electron. Acad. Press, 11 (1959).
- [4] A.J. DEKKER Solid State Physics. Acad. Press, 6 (1958), p.251
- [5] I.M. BRONSHTEIN Editions Naouka, Moscou (1969)
- [6] R.W. SOSHEA Thèse Université Minnesota (1959)
- [7] F. VAN NIEUWANHUYZE Thèse Lyon (1969)
- [8] C. RICHARD Thèse Nice (1974)
- [9] K. GOTO J. Appl. Phys. Vol. 43, n°4 (1972), p. 1559
et K. ISHIKAWA
- [10] K. GOTO J. Appl. Phys. Vol. 44, n°1 (1972), p. 132
et K. ISHIKAWA
- [11] G. APPELT Phys. Status Solidi 27, (1968), p. 657
- [12] I.M. BRONSHTEIN Sov.Phys. Sol. State, Vol. 13, n°11 (1972),
V.M. STOZHAROV, V.P. PRONIN p. 2821
- [13] I.M. BRONSHTEIN Sov.Phys. Sol. State, Vol. 14, n°4 (1972), p.927
V.M. STOZHAROV, V.P. PRONIN
- [14] W. OPPEL Z Physic, 252, (1972), p.107
and H. JAHRREIS
- [15] H. JAHRREIS Thin Solid Films, 12 (1972), p. 187
- [16] J. SCHAEFER Thin Solid Films, 13 (1972), p. 81
and J. HOELZL
- [17] L.H. JENKINS, Surface Science, 26 (1971), p. 151
M.F. CHUNG
- [18] L.H. JENKINS, M.F. CHUNG Surface Science, 28 (1971), p. 409
- [19] L.H. JENKINS, M.F. CHUNG Surface Science, 33 (1972), p. 159
- [20] B.D. POWELL, D.P. WOODRUFF Surface Science, 33 (1972), p. 437
- [21] V.E. HENRICH Physic Review B. Vol. 7, n°8 (1973), p. 3512
- [22] H. GUENNOU, G. DUFOUR, Surface Science, 41 (1974)
et C. BONNELLE
- [23] M. CAILLER et S. OFFRET C.R. Acad. Sciences (1962)
- [24] M. CAILLER Thèse Nantes (1969)
- [25] M. CAILLER, J.P. GANACHAUD Journal de Physique, 33 (1972), p. 903
- [26] J.P. GANACHAUD, M. CAILLER Journal de Physique, 34 (1973), p. 91

- |27| J.P. GANACHAUD
et M. CAILLER C.R. Acad. Sciences, T. 276 (1973), p. 543
- |28| H. MIGNOT Thèse Nantes, 1974.
- |29| E.H.S. BURHOP The Auger effect. Cambridge University Press (1952)
- |30| C. CHANG Surface Science, 25 (1971), p. 53
- |31| L.H. JENKINS,
M.F. CHUNG Surface Science, 24 (1971), p. 125
- |32| R.N. YASKO,
R.D. WHITMOYER The Journal of Vac., 8, n°6 (1971), p. 733
- |33| L.A. HARRIS Journal of Appl. Phys., Vol. 39, n°3 (1968), p.1428
- |34| TOUZILLIER Thèse Toulouse, 1970
- |35| N.W. ROBINSON The Physical principles of Ultra-High Vacuum
Ed : Chapman and Hall Ltd, Londres 1968.
- |36| M.P. SEAH Surface Science, 17 (1969), p. 132
- |37| J.A. CROSS J. Phys. D : App. Phys. G.B. Vol. 6 (1973), p. 622
- |38| G.A. HARROWER Physical Review, Vol. 102, n°2 (1956), p. 340
- |39| P.W. PALMBERG,
J.K. BOHN, J.C. TRACY App. Phys. Letters, 15 (1969), p. 254
- |40| A. IGNATIEV,
T.N. RHODIN International Laboratory (Janv. 1973), p. 18
- |41| N.J. TAYLOR The Rev. of Sc. Instr. 40 n°6 (1969), p. 792.
- |42| P.W. PALMBERG J. of App. Phys., Vol. 38, n°5 (1967), p. 2137
- |43| H. GUENNOU Thèse Paris VI (1973)
- |44| R.L. GERLACH
J.E. HOUSTON, R.L. PARK Appl. Phys. Letters, Vol. 16, n°4 (1970), p. 179
- |45| D.K. SKINNER
R.F. WILLIS The Rev. of Sc. Instr. 43, n°5 (1972), p. 731
- |46| I.M. BRONSHTEIN
Y.M. SHCHVCHINSKIY Rad. and Electr., Vol. 9 (1964), p. 738
- |47| J. HOELZL Z. f. Physic, 50 (1965), p. 184
- |48| J.C. NOIRAY Thèse Nice (1972)
- |49| M.P. SEAH
A.J. FORTY J. Phys. E - 3 - (1970), p. 833
- |50| D.A. HUCHITAL,
J.D. RIGDEN Appl. Phys. Letters, Vol. 16, n°9 (1970), p. 348
- |51| D. ROPTIN D.E.A. (1973)
- |52| M.A. CHESTERS,
J. PRITCHARD Surface Science, 28 (1971), p. 460
- |53| E.J. SCHEIBNER,
L.N. THARP Surface Science, 8 (1967), p. 247
- |54| MARKLUND, S. ANDERSON, Archiv for Phys., 37, n°12 (1967), p. 127
J. MARTINSON
- |55| J. MORRISON et Bull Amer Phys. Soc. 11 (1968), p. 945
LANDER

- |56| P.S.P. WEI, A.Y. CHO Rev. of Sc. inst. 40, n°8 (1969), p. 1075
C.W. CALDWELL
- |57| E.J. STERNGLASS Phys. Review, 95.345 (1954)
- |58| K. UEDA, R. SHIMIZU Surface Science, 36 (1973), p. 789
- |59| H.E. BISHOP, Journal of Appl. Phys., Vol. 40, n°4 (1969), p.1740
J.C. RIVIERE
- |60| P.W. PALMBERG, Journal of Appl. Phys., Vol. 39 (1968), p. 1425
T.N. RHODIN
- |61| F. MEYER, Surface Science, Vol. 33 (1972), p. 271
J.J. VRAKKING
- |62| G.F. AMELIO, The Structure of Solid Surfaces
E.J. SCHEIBNER Edit : Samorjai(1969) 11
- |63| SCHULMAN R., Sov. Phys. Sol. State, 11 - 5 - (1969), p. 1101
Y.A. MOROSOV,
V.V. KORABLEV

INFLUENCE DU CHAMP MAGNETIQUE SUR LE COURANT COLLECTE

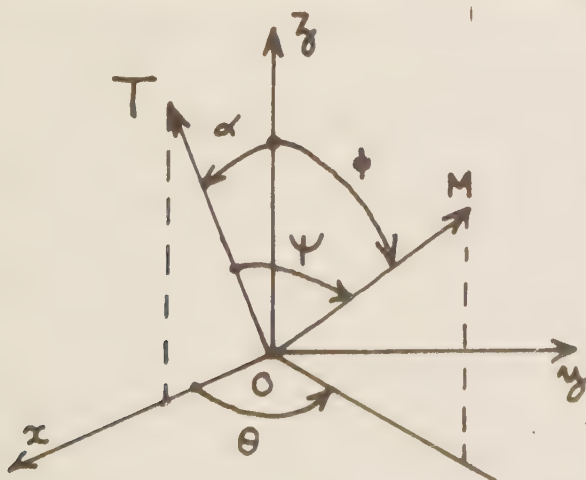
1 - Courant collecté en l'absence de champ magnétique :

Soit I_s le courant secondaire émis dans un cône de $\frac{1}{2}$ angle au sommet β . En admettant une distribution en cosinus, des secondaires émis, avec $\vec{J}$ la densité de courant suivant la normale. Le calcul est effectué sur une sphère de rayon $r = 1$. On obtient :

$$I_s = \int_0^\beta J \cos \phi \times 2 \pi r \sin \phi d\phi = \frac{J \times \pi}{2} (1 - \cos 2\beta)$$

pour $\beta = 90^\circ$, $I_s = I_s \text{ total} = J \times \pi$

donc $I_s = I_s \text{ total} \times \left(\frac{1 - \cos 2\beta}{2} \right)$

2 - Courant collecté en présence du champ magnétique B :

Nous avons l'hypothèse que dans ce cas, l'axe $\vec{OT}$ de la distribution angulaire était décalé d'un angle α par rapport à la normale $\vec{Oz}$ à l'échantillon (voir fig. 15).

$$I'_s = \iint J \cos \psi ds$$

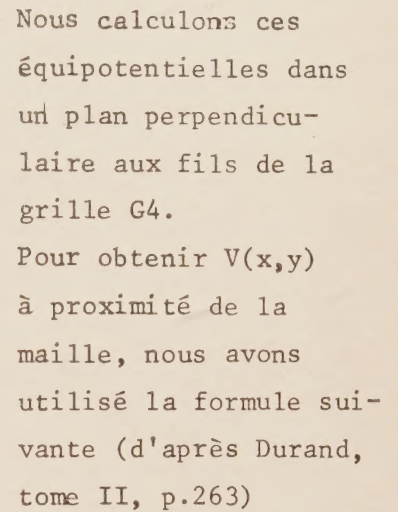
avec $dS = r \sin \phi d\theta \cdot r d\phi = \sin \phi d\theta d\phi$
et $r = 1$

Or : $\cos \psi = \sin \phi \cos \theta \sin \alpha + \cos \alpha \cos \phi$

Donc $I'_s = J \int_0^\beta \sin \phi d\phi \int_0^{2\pi} (\sin \phi \sin \alpha \cos \theta + \cos \alpha \cos \phi) d\theta$

$$I'_s = I_s \times \cos \alpha$$

© 2000 Blackwell Science Ltd



Je remercie bien sincèrement Annick GALTIER pour son aide efficace lors du tracé des équipotentielles des fig. 24 et 25 au moyen d'un calculateur et table traçante Hewlett Packard.

